

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DARI TULANG
IKAN TUNA (*Thunus sp*) DENGAN METODE SOL-GEL**



SKRIPSI

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Penelitian Pada
Jurusan Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi
UIN Alauddin Makassar

Oleh

MULIATI
60500112008

FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI ALAUDDIN
MAKASSAR

2016

PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Mahasiswa yang bertandatangan di bawah ini:

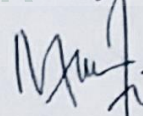
Nama : Muliati
NIM : 60500112008
Tempat/Tgl. Lahir : Makassar/ 30 Agustus 1993
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Alamat : Jl. Nuri Lr 300 no. 25 C
Judul : Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Tulang Ikan Tuna (*Thunnus sp*) Dengan Metode Sol-Gel

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa hasil penelitian saya ini tidak terdapat unsur-unsur penjiplakan karya penelitian atau karya ilmiah yang pernah dilakukan atau dibuat oleh orang lain kecuali secara tertulis dikutip dalam naskah ini dan disebutkan dalam sumber kutipan dan daftar pustaka.

Apabila ternyata penelitian ini terbukti terdapat unsur-unsur duplikat atau tiruan, maka saya bersedia untuk mempertanggung jawabkan serta diproses sesuai peraturan yang berlaku.

Samata-Gowa, 20 November 2016

Penyusun



Muliati

NIM: 60500112008

PENGESAHAN SKRIPSI

Skripsi yang berjudul “**Sintesis dan Karakterisasi Hisroksiapatit dari Tulang Ikan Tuna (*Thunnus albacores*) dengan Metode Sol-Gel**” yang disusun oleh **Muliati, NIM : 60500112008** mahasiswa jurusan Kimia pada Fakultas Sains dan Teknologi UIN Alauddin Makassar, telah diuji dan dipertahankan dalam sidang munaqasyah yang diselenggarakan pada hari senin 31 Oktober 2016 bertepatan 30 Muharram 1438 H, dinyatakan telah dapat diterima sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana dalam Ilmu Kimia, jurusan Kimia (dengan beberapa perbaikan).

Samata-Gowa, 29 November 2016
29 Zulkaidah 1438 H

DEWAN PENGUJI :

Ketua	: Dr.Ir.A.Suarda,M.Si	(.....)
Sekretaris	: Syamsidar,HS., S.T.,M.Si	(.....)
Munaqisy I	: Sjamsiah, S.Si., M.Si., Ph.D	(.....)
Munaqisy II	: Aisyah, S.Si., M.Si	(.....)
Munaqisy III	: Dr. Muhsin Mahfudz, M.Th.I	(.....)
Pembimbing I	: Dra. St. Chadijah., M.Si	(.....)
Pembimbing II	: Wa Ode Rustiah, S.Si., M.Si	(.....)

Diketahui oleh :

Dekan Fakultas Sains dan Teknologi
UIN Alauddin Makassar



Prof. Dr. M. Arifuddin, M.Ag
NIP : 19691205 199303 1 001

KATA PENGANTAR



AssalamuAlaikumWarahmatullahiWabarakatu

Puji dan syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT, Atas limpahan nikmat, rahmat dan hidayah-Nya yang tidak terbatas sehingga penulis masih diberi kesehatan, kesempatan, serta kemampuan untuk menyelesaikan penulisan skripsi yang berjudul **“Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ Dari Tulang Ikan Tuna (*Thunnus sp*) Dengan Metode Sol-Gel”** Shalawat dan salam taklupa pula penulis panjatkan kepada baginda Rasulullah SAW.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa penyusunan skripsi ini tidak lepas dari hambatan. Namun berkat kerja keras dan motivasi dari pihak-pihak yang secara langsung maupun tidak langsung ikut serta memperlancar penyusunan skripsi ini, terutama kedua orang tua tercinta yakni Ayahanda Muh. Yusuf dan Ibunda Hasni yang dengan sabar memberikan semangat dan senantiasa mendo'akan penulis serta Saudara-saudaraku sebagai sang penyemangat dalam menyelesaikan penulisan ini, oleh karena itu secara mendalam penulis ucapkan banyak terimakasih kepada:

1. Bapak Prof. Dr Musafir Pababari, M.Si selaku rektor UIN Alauddin Makassar.
2. Bapak Prof. Dr. H. Arifuddin, M.Ag selaku dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Alauddin Makassar.
3. Ibu Sjamsiah, S.Si.,M.Si.,Ph.D. selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Alauddin Makassar.
4. Ibu Dra. Sitti Chadijah., M.Si selaku pembimbing I dan IbuWa Ode Rustiah, S.Si., M.Si selaku pembimbing II atas kesediaan dan keikhlasan dalam membimbing penulis sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.

5. Ibu Sjamsiah, S.Si., M.Si., Ph.D. selaku dosen penguji I, Ibu Aisyah, S.Si., M.Si selaku dosen penguji II dan Bapak Dr. Muhsin Mahfud, M.Ag selaku dosen penguji agama.
6. Segenap dosen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Alauddin Makassar yang tidak bias penulis sebut satu persatu.
7. Segenap kakak laboran di Jurusan Kimia: Kak Fitria Aziz, S.Si., S.Pd, Kak Andi Nurahma, S.Si, Kak ismawanti, S.Si, Kak Ahmad yani, S.Si dan Kak Awaluddin, S.Si, dan Kak Nuraini, S.Si.
8. Teman-teman mahasiswa khususnya Kimia angkatan 2012: Winda Wiqradhani, Ria Rukmana Yamin, Uhsnul Fatimah J, Nurdinia NB, Mutmainnah, Hardiyanti serta anak-anak Benzena.

Terima kasih yang tak terhingga penulis haturkan kepada pihak-pihak yang telah memberikan bantuan dalam penulisan skripsi ini, untuk itu penulis mengharapkan atas segala saran dan masukan yang bersifat membangun dari semua pihak demi perbaikan penelitian ini kedepannya. Akhirnya, semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca pada umumnya, Amin YaRobbal ‘alamiin.

Wassalamu’alaikum Warahmatullahi Wabarakatu.

Samata - Gowa, November 2016

Muliati

DAFTAR ISI

JUDUL.....	i
PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
DAFTAR ISI	vi
DAFTAR TABEL.....	viii
DAFTAR GAMBAR.....	ix
ABSTRAK.....	x
 BAB I PENDAHULUAN	
Latar Belakang Masalah.....	1
A. Rumusan Masalah.....	5
B. Tujuan Penelitian.....	6
C. Manfaat penelitian.....	6
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
A.Ikan Tuna (<i>Thunnus albacores</i>)	7
B.Tulang.....	9
C.Kalsium.....	12
D.Fosfor.....	15
E.Hidroksiapatit.....	17
F.Metode Sol-Gel.....	22
G.Fourier Transform Infrared (FTIR)	23
H.X-Ray Fluorescence(XRF)	26
I.X-Ray Diffractometer(XRD)	28

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

A. Alat dan Bahan.....	31
1. Alat.....	31
2. Bahan.....	31
B. Prosedur Kerja.....	32
1. Preparasi Sampel.....	32
2. Sintesis Hidroksiapatit.....	33
3. Analisis dengan <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR).....	33
4. Analisis Menggunakan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	34

BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Penelitian.....	35
B. Pembahasan.....	44

BAB V PENUTUP

A. Kesimpulan.....	52
B. Saran.....	52

KEPUSTAKAAN

LAMPIRAN-LAMPIRAN

RIWAYAT HIDUP

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Komposisi Kimia Tulang Ikan Tuna.....	10
Tabel 2.2 KandunganUnsur Mineral Pada Tulang.....	11
Tabel 2.3 Komposisi Tulang Normal.....	12
Tabel 2.4 Jenis-Jenis Mineral Apatit.....	18
Tabel 2.5 Daerah Spektrum Inframerah.....	26
Tabel 4.1 Komposisi Kimia Serbuk Tulang Ikan Tuna (<i>Thunnus albacores</i>)	35
Tabel 4.2 Komposisi Kimia Serbuk Tulang Ikan Tuna.....	36
Tabel4.3 Data Hasil Analisis Menggunakan FTIR suhu 400°C.....	37
Tabel4.4 Data Hasil Analisis Menggunakan FTIR suhu 600°C.....	38
Tabel4.5 Data Hasil Analisis Menggunakan FTIR suhu 900°C.....	39
Tabel4.6 Data Hasil Kuantitatif Struktur Dan Bentuk Kristal.....	41

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Ikan Tuna SiripKuning (<i>Thunnus albacores</i>)	7
Gambar 2.2 StrukturHexagonal Hidroksiapati.....	20
Gambar 2.3 Skema Sederhana FTIR.....	24
Gambar 2.4 Instrumen <i>X-Ray Flouresence</i> (XRF).....	27
Gambar 2.5 Instrumen <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	28
Gambar 2.6 Difraksi Sinar-X pada Bidang.....	29
Gambar 4.1 Hasil Spektrum FTIR dengan Suhu Sintering 400°C.....	37
Gambar 4.2 Hasil Spektrum FTIR dengan Suhu Sintering 600°C.....	38
Gambar 4.3 Hasil Spektrum FTIR dengan Suhu Sintering 900°C.....	39
Gambar 4.4 Difaktogramhasil XRD dengan Suhu Sintering 400°C.....	41
Gambar 4.5 Difaktogramhasil XRD dengan Suhu Sintering 600°C.....	42
Gambar 4.6 Difaktogramhasil XRD dengan Suhu Sintering 900°C.....	43

ABSTRAK

NAMA : Muliati

NIM : 60500112008

Judul Skripsi : Sintesis Dan Karakteristik Hidroksiapatit Dari Tulang Ikan Tuna (*Thunnus sp*) Dengan Metode Sol-Gel.

Hidroksiapatit dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ merupakan mineral apatit yang terdiri dari kalsium dan fosfor sebagai kerangka tulang dan gigi. Pada penelitian ini sampel yang digunakan yaitu tulang ikan tuna sirip kuning (*Thunnus albacores*). Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui rendamen, gugus fungsi dan karakteristik tulang ikan tuna. Metode yang digunakan yaitu metode sol-gel. Prekursor yang digunakan yaitu larutan H_3PO_4 80% dan etanol 96%. Uji pendahuluan dilakukan analisis XRF untuk mengetahui komponen mineral yang terdapat pada tulang ikan. Sintesis dilakukan dengan menggunakan variasi suhu sintering yaitu 400°C , 600°C dan 900°C . Karakterisasi dilakukan menggunakan FTIR dan XRD. Hasil karakterisasi dengan FTIR terdapat beberapa jenis gugus fungsi yaitu OH, CO_3^{2-} dan PO_4^{2-} . Karakterisasi XRD menunjukkan bentuk kristal bermacam-macam yaitu pada suhu 400°C terbentuk Kristal monoclinic, suhu 600°C kristal yang terbentuk yaitu hexagonal dan pada suhu 900°C terbentuk Kristal hexagonal. Berdasarkan hasil karakterisasi bahwa senyawa hidroksiapatit terbentuk pada suhu 600°C .

Kata kunci : Hidroksiapatit, metode sol-gel, tulang ikan tuna sirip kuning (*Thunnus albacores*)

ABSTRACT

NAMA : Muliati

NIM : 60500112008

Judul Skripsi : Synthesis And Characteristics Of Bone hydroxyapatite Tuna (Thunnus sp) With Sol-Gel method

Hydroxyapatite with the chemical formula $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ is an apatite mineral composed of calcium and phosphorus as the skeleton and teeth. This study aims to determine the yield, functional group tuna bone characteristics. The method used is the sol-gel method where this method change of phase samples that are suspended in the solution into a gel phase. Precursor used is a solution of H_3PO_4 80% and 96% ethanol. Preliminary test was XRF analysis to determine mineral components contained in fish bones. Synthesis was done by using a series of sintering temperature is 400°C , 600°C and 900°C . Characterization was performed using FTIR and XRD. The results of characterization by FTIR, there are several types of functional groups are OH, CO_3^{2-} and PO_4^{2-} . XRD characterization of crystal form indicating the assortment that is at a temperature of 400°C monoclinic crystals are formed, the temperature of 600°C namely hexagonal crystals that were formed then and at a temperature of 900°C formed hexagonal crystals. Based on the results of characterization that the compound hydroxyapatite formed at a temperature of 600°C .

Keywords: hydroxyapatite, sol-gel method, fish bones yellow fin tuna (*Thunnus albacores*)

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Indonesia yang merupakan negara kepulauan memiliki wilayah laut lebih luas dari daratannya. Kekayaan laut yang dimiliki Indonesia sangat banyak seperti perikanan, terumbu karang, hutan mangrove, rumput laut dan masih banyak lagi jenis makhluk hidup dalam laut tersebut. Salah satu aspek perikanan yang sangat memberikan kontribusi perekonomian Indonesia yaitu ikan tuna (Faizah, 2010: 1). Data ekspor dan impor Departemen Kelautan dan Perikanan (2012), ekspor tuna pada tahun 2011 sebesar 230.580 ton (Wardani, 2012: 42).

Ikan tuna pada umumnya dimanfaatkan untuk produksi pengalengan. Ikan tuna hanya dimanfaatkan dagingnya saja sedangkan kepala dan tulangnya belum dimaksimalkan pemanfaatannya, semakin tinggi tingkat pengeksportan daging ikan tuna maka semakin tinggi pula limbah tulang ikannya. Tingginya produk samping tersebut dapat menyebabkan pencemaran lingkungan apabila tidak diupayakan proses pemanfaatan limbah lebih lanjut. Sebagaimana firman Allah SWT dalam (QS. Al-Qhasash [28]:77) yaitu perintah Allah untuk tidak membuat kerusakan di bumi.

وَابْتَغِ فِيمَا آتَاكَ اللَّهُ الدَّارَ الْآخِرَةَ وَلَا تَنْسَ نَصِيبَكَ مِنَ الدُّنْيَا وَأَحْسِنْ
كَمَا أَحْسَنَ اللَّهُ إِلَيْكَ وَلَا تَبْغِ الْفُسَادَ فِي الْأَرْضِ إِنَّ اللَّهَ لَا يُحِبُّ

الْمُفْسِدِينَ ﴿٧٧﴾

Terjemahnya:

“Dan carilah pada apa yang telah dianugerahkan Allah kepadamu (kebahagiaan) negeri akhirat dan janganlah kamu melupakan kebahagiaan dari (kenikmatan) duniawi dan berbuat baiklah (kepada orang lain) sebagaimana Allah telah berbuat baik kepadamu dan janganlah kamu berbuat kerusakan di (muka) bumi. Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang-orang yang berbuat kerusakan” (QS. Al-Qhasash [28]:77).

Ayat tersebut menjelaskan tentang perintah Allah SWT bahwa gunakanlah apa yang telah dianugerahkan Allah kepada kita berupa harta yang melimpah dan kenikmatan yang panjang dalam berbuat taat kepada Allah serta bertaqarrub kepadanya dengan berbagai amal-amal yang dapat menghasilkan pahala didunia dan akhirat. Serta hal-hal yang diperbolehkan oleh Allah di dalamnya berupa makanan, minuman, pakaian, tempat tinggal dan pernikahan, sesungguhnya Allah memiliki hak, dirimu memiliki hak, serta orang yang berziarah kepadamupun memiliki hak. Maka berikanlah setiap sesuatu dengan haknya. Dalam ayat tersebut menjelaskan juga tentang larangan kepada manusia yang hanya semangat menjadi perusak di muka bumi dan berbuat buruk kepada makhluk Allah SWT (Abdullah, 51: 1994). Berdasarkan penjelasan ayat tersebut maka dilakukan pemanfaatan tulang ikan tuna.

Tulang ikan mengandung 60-70% mineral, dengan komponen penyusun berupa 30% protein kolagen dan tulang ikan didominasi senyawa kalsium sebanyak 135-233 g/kg dan fosfor 81-113 g/kg serta sedikit kandungan Mg, Fe, Zn, dan Cu (Riyanto, 2013: 120). Tulang ikan mengandung mineral yang tinggi, mineral tersebut merupakan salah satu zat gizi yang dibutuhkan oleh tubuh manusia salah satunya adalah kalsium. Banyaknya kadar kalsium pada tulang ikan tuna maka dapat dimanfaatkan menjadi senyawa hidroksiapatit.

Senyawa hidroksiapatit merupakan salah satu biomaterial yang sangat besar peranannya di dalam dunia medis khususnya pada pembuatan tulang dan gigi palsu.

Hidroksiapatit ini bersifat sebagai biokompatibilitas yaitu kemampuannya yang dapat menyesuaikan diri dengan lingkungannya artinya dapat bereaksi dengan jaringan tubuh tanpa adanya reaksi balik atau penolakan oleh tubuh manusia, serta dapat ditanam (diimplantasi) dalam tubuh tanpa membahayakan tubuh itu sendiri. Hidroksiapatit dapat dibuat dengan berbagai metode yaitu metode presipitasi, hidrotermal, sol-gel, elektrodeposisi dan lain sebagainya, pada penelitian ini metode yang digunakan yaitu metode sol-gel

Hidroksiapatit dapat dibuat dengan berbagai metode yaitu metode presipitasi, hidrotermal, sol-gel, elektrodeposisi dan lain sebagainya, pada penelitian ini metode yang digunakan yaitu metode sol-gel. Metode sol-gel hidroksiapatit banyak dikembangkan karena teknik ini dapat menghasilkan serbuk dengan kemurnian, kristalinitas, reaktifitas yang tinggi dan butiran yang diperoleh mencapai ukuran nano, serta prosesnya menggunakan suhu yang rendah. Metode dapat meningkatkan pencampuran molekul dari kalsium dan fosfor, yang mampu meningkatkan hasil kimia hidroksiapatit kebatas yang signifikan (Nayak, 2010: 904).

Prinsip dari metode sol-gel adalah untuk membentuk larutan yang mengalami perubahan fase menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan yang tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi gel yang dapat meningkatkan homogenitas kimia partikel serbuk.

Adanya perintah Allah SWT kepada manusia untuk menjaga keseimbangan lingkungan khususnya lingkungan pada laut dengan cara memanfaatkan tulang ikan tuna. Sebagaimana diketahui Allah SWT menciptakan sesuatu dimuka bumi ini untuk dapat dimanfaatkan oleh manusia dengan sebaik-baiknya, sebagaimana firman Allah SWT dalam (Q.S An-Nahl [16]: 14).

وَهُوَ الَّذِي سَخَّرَ الْبَحْرَ لِتَأْكُلُوا مِنْهُ لَحْمًا طَرِيًّا وَتَسْتَخْرِجُوا مِنْهُ حِلْيَةً تَلْبَسُونَهَا وَتَرَى الْفُلْكَ مَوَاجِرَ
فِيهِ وَلِتَبْتَغُوا مِنْ فَضْلِهِ وَلَعَلَّكُمْ تَشْكُرُونَ

Terjemahnya: “

Dan Dia-lah Allah yang menundukkan lautan (untukmu) agar kamu dapat memakan daripadanya daging yang segar (ikan), dan kamu mengeluarkan dari lautan itu perhiasan yang kamu pakai; dan kamu melihat bahtera berlayar padanya, dan supaya kamu mencari (keuntungan) dari karunia-Nya, dan supaya kamu bersyukur. (QS. An-Nahl [16] : 14).

Ayat diatas dapat diuraikan apa yang terdapat “di dalam air” lagi tertutup olehnya. Ayat ini menyatakan bahwa Dia yakni Allah SWT yang menundukkan lautan dan sungai serta menjadikannya arena hidup binatang dan tempatnya tumbuh berkembang serta pembentukan aneka perhiasan. Itu dijadikan demikian agar kamu dapat menangkap hidup-hidup atau yang mengapung dari ikan-ikan dan sebangsanya yang berdiam disana sehingga kamu dapat memakan darinya daging yang segar, binatang-binatang laut itu dan kamu dapat mengeluarkan yakni mengupayakan dengan cara bersungguh-sungguh untuk mendapatkan darinya yakni dari laut dan sungai itu perhiasan yang kau pakai seperti permata, mutiara, merjan dan sebagainya. Allah SWT menciptakan lautan yang sangat luas dan didalamnya terdapat ikan-ikan dan sebangsanya agar dapat dimanfaatkan dengan sebaik-baiknya (Al-Misbah)

Adanya penjelasan ayat tersebut maka manusia memanfaatkan apa yang ada dilautan dengan cara pembuatan hidroksiapatit dari tulang ikan tuna, untuk mengetahui terbentuknya senyawa hidroksiapatit maka dilakukan karakterisasi.

Beberapa teknik karakterisasi digunakan untuk mengetahui karakteristik dari material yang dihasilkan pada penelitian ini. Pengujian dilakukan untuk memastikan material yang dihasilkan adalah hidroksiapatit dengan sifat-sifatnya dengan

menggunakan instrumen yaitu *XRF Fourier Transform Infra Red (FTIR)*, *X-Ray Diffraction*.

Merujuk dari penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Tatang Hidayat (2013). Hasil yang didapatkan yaitu berdasarkan data hasil FTIR dan XRD menunjukkan bahwa pemanasan pada suhu 1100°C merupakan kondisi yang terbaik menghasilkan hidroksiapatit (HAp) dengan kristalinitas, parameter kisi dan kemurnian yang tinggi.

Penelitian yang sebelumnya dilakukan oleh Iis Sopyan dkk. Hasil yang diperoleh yaitu berdasarkan data FTIR dan XRD menunjukkan bahwa kemurnian Hidroksiapatit dapat tercapai maksimum pada pemanasan suhu 820°C

Berdasarkan pemaparan tersebut maka dilakukan penelitian tentang pemanfaatan sumber kalsium yang terdapat pada tulang ikan tuna (*Thunnus sp*) yang dapat disintesis menjadi senyawa hidroksiapatit $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ dengan metode sol-gel.

B. Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini yaitu sebagai berikut:

1. Berapa rendamen hidroksiapatit yang dihasilkan dari Tulang Ikan Tuna (*Thunnus sp*) dengan metode Sol-Gel ?
2. Bagaimana karakterisasi senyawa hidroksiapatit yang dihasilkan dari tulang ikan tuna sirip kuning menggunakan FTIR ?
3. Bagaimana karakterisasi senyawa hidroksiapatit yang dihasilkan dari tulang ikan tuna sirip kuning menggunakan XRD?

C. Tujuan

Tujuan yang ingin dicapai dari penelitian ini yaitu sebagai berikut:

1. Untuk mengetahui rendamen hidroksiapatit yang dihasilkan dari tulang ikan tuna (*Thunnus albacores*) dengan metode Sol-Gel.
2. Untuk menguji gugus fungsi hidroksiapatit yang dihasilkan dari tulang ikan tuna (*Thunnus albacores*) menggunakan FTIR (*fourier transform infrared*).
3. Untuk mengetahui unsur penyusun dan bentuk struktur hidroksiapatit yang dihasilkan dari tulang ikan tuna (*Thunnus albacores*) dengan menggunakan XRD (*X-ray diffractometer*).

D. Manfaat penelitian

Manfaat dari penelitian ini yaitu sebagai berikut:

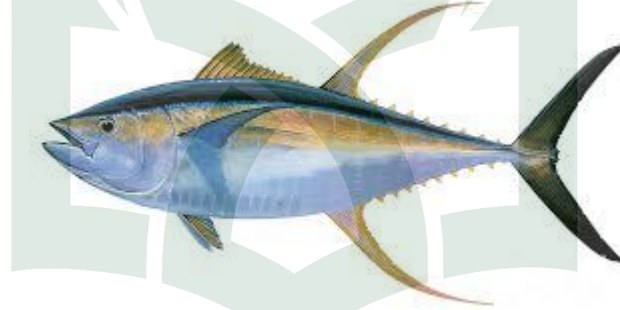
1. Sebagai salah satu cara alternative untuk mengurangi limbah tulang ikan khususnya tulang ikan tuna (*Thunnus albacores*).
2. Sebagai informasi bagi dunia medis tentang senyawa hidroksiapatit yang dapat diperoleh dari tulang ikan tuna (*Thunnus albacores*) dengan metode sol-gel
3. Sebagai sumber rujukan untuk penelitian lanjutan dan peneliti lainnya tentang sintesis hidroksiapatit dari tulang ikan tuna (*Thunnus albacores*) dengan metode sol-gel

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Ikan Tuna (*Thunnus sp*)

Ikan tuna merupakan komoditas perikanan Indonesia yang banyak menghasilkan devisa (terbesar kedua setelah udang). Peningkatan nilai produksi ikan tuna dari tahun ke tahun menunjukkan nilai yang cukup tajam. ikan tuna berdasarkan berdasarkan klasifikasi ikan tuna dan dapat gambar dapat dilihat pada gambar 2.1 adalah sebagai berikut:



Gambar 2.1 Ikan Tuna
(sumber: www.google.com)

Kingdom	: Animalia
Phylum	: Chordata
Sub phylum	: Vertebrata
Class	: Pisces
Sub Class	: Teleostei
Ordo	: Perciformes
Sub ordo	: Scombroidei
Family	: Scombridae
Genus	: Thunnus
Species	: <i>Thunnus alalunga</i> (albacores)

Genus ini terdiri atas beberapa spesies antara lain *Thunnus albacores* yang paling banyak didapati diperairan indonesia. Jenis ini dikenal sebagai sebutan madidihang atau yellow fin tuna. Badan memanjang, bulat seperti cerutu dan termasuk jenis ikan buas dan bersifat predator. Panjang tubuh dapat mencapai 195 cm namum umumnya 50-150 cm. Tergolong ikan perenang cepat, memiliki dua sirip dipunggung. Sirip depan biasanya pendek dan terpisah dari sirip belakang, bagian punggung biru kehitaman dan berwarna keputih-putihan pada perut (Ditjenkan 1983).

Ikan tuna merupakan ikan karnivora dan menempati tempat teratas dalam rantai makanan di laut. Ikan tuna memakan kelompok ikan kecil lain, cumi dan krustasea planktonik. Ikan tuna menggunakan gerakan yang hebat dalam kolom air untuk menangkap makanannya. Pergerakan ikan tuna naik dan turun di kolom air juga sesuai dengan ketersediaan makanan. Sepanjang hari ikan tuna cenderung menyelam ke bawah dan malam hari naik ke permukaan untuk makan dan ke tengah untuk menghindari kompetisi makanan (Faizah, 2010: 9).

Ikan tuna banyak dijadikan sebagai bisnis ekspor-impor khususnya di Indonesia karena dapat menghasilkan produk seperti pengalengan (Nurilmala, dkk, 2006: 22). Juga dijadikan berbagai jenis makanan di rumah makan mapun sebagai bahan dasar dari pembuatan abon, tetapi ikan tuna yang dimanfaatkan hanya dagingnya saja sedangkan tulang ikannya belum maksimal pemanfaatannya. Sebagaimana firman Allah SWT dalam (Q.S Al-Maidah: 96).

أَحِلَّ لَكُمْ صَيْدُ الْبَحْرِ وَطَعَامُهُ مَتَعًا لَكُمْ وَلِلسَّيَّارَةِ وَحُرِّمَ عَلَيْكُمْ
صَيْدُ الْبَرِّ مَا دُمْتُمْ حُرُمًا وَاتَّقُوا اللَّهَ الَّذِي إِلَيْهِ تُحْشَرُونَ ﴿٩٦﴾

Terjemahnya:

“Dihalalkan bagimu binatang buruan laut dan makanan (yang berasal) dari laut sebagai makanan yang lezat bagimu, dan bagi orang-orang yang dalam perjalanan; dan diharamkan atasmu (menangkap) binatang buruan darat, selama kamu dalam ihram. Dan bertakwalah kepada Allah Yang kepada-Nya-lah kamu akan dikumpulkan (5: 96)”.

Ayat diatas menjelaskan bahwa dihalalkan bagi kalian binatang buruan laut yang dimaksud ialah hewan laut yang ditangkap dalam keadaan segar dan makanan yang berasal dari laut yakni makanan yang bersumber dari laut untuk dijadikan bekal dalam keadaan diasin dan telah kering. صَيْدٌ yang artinya binatang buruan ialah hewan laut yang ditangkap dalam keadaan hidup-hidup (Ibnu Katsir, 2003: Jilid 3)

B. Tulang

Tulang ikan merupakan salah satu bentuk limbah dari industri pengolahan ikan yang memiliki kandungan kalsium terbanyak diantara bagian tubuh ikan, karena unsur utama dari tulang ikan adalah kalsium, fosfor dan karbonat (Trilaksani, 2006: 35-36).

Tulang merupakan bentuk salah satu bentuk limbah yang dihasilkan dari industri pengolahan ikan yang memiliki kandungan kalsium terbanyak dalam tubuh ikan. Dari sudut pandang pangan dan gizi, tulang ikan sangat kaya akan kalsium yang dibutuhkan manusia. Karena unsur utama dari tulang ikan adalah kalsium fosfor dan karbonat. Dengan demikian limbah tulang ikan mempunyai potensi yang besar untuk dimanfaatkan sebagai bahan yang kaya akan kalsium (Nabil, 2005: 2).

Tulang ikan banyak mengandung kalsium dalam bentuk kalsium fosfat sebanyak 14% dari total susunan tulang. Bentuk kompleks kalsium fosfat ini

terdapat pada tulang dan dapat diserap oleh tubuh dengan baik sekitar 60-70 % (Nabil, 2005: 19).

Limbah pengolahan tuna dihasilkan pada pengolahan pengalengan, pembekuan atau pengolahan tradisional. Umumnya industri pengolahan tuna menghasilkan limbah industri yang cukup besar pada beberapa pusat pengolahan, karena tuna termasuk komoditas penting setelah udang (Ilyas dan Suparno 1985). Limbah tersebut berupa limbah padat, minyak, air sisa pemasakan dan lain-lain.

Limbah tulang ikan merupakan limbah hasil pengolahan ikan yang kaya akan kandungan kalsium 36%, fosfor 17% dan magnesium 0,8%. kandungan kalsium dalam tepung tulang ikan tuna lebih tinggi dibanding kandungan kalsium pada tepung tulang ikan lainnya yakni pada tepung tulang ikan lele 13,48%, tepung tulang ikan mandidiang 2,12%, tepung tulang ikan patin 30,95% dan pada tepung tulang ikan tuna berkisar 39-40% (Marta'ati, 2015: 154).

Mineral utama di dalam tulang adalah kalsium dan fosfor sedangkan mineral lain dalam jumlah yang kecil adalah natrium, magnesium dan flour (Winarno, 1997). Komposisi kimia tulang ikan tuna dapat dilihat pada tabel 2.1

Tabel 2.1 Komposisi kimia tulang ikan tuna

No.	Parameter	Berat Kering	Berat Basah
1	Air	-	56,11%
2	Abu	39,19 %	17,20%
3	Protein	52,54 %	7,56%
4	Lemak	23,06%	3,32%

Unsur utama yang menyusun tulang ikan adalah kalsium, fosfor dan karbonat sedangkan yang terdapat dalam jumlah kecil yaitu magnesium, sodium, stronsium, sitrat, flourida, hidroksida dan sulfat (Lovell, 2002).

Tulang sebagai bagian dari kerangka manusia memiliki berbagai fungsi antara lain sebagai tempat melekatnya otot dan menyokong jaringan halus, memberikan perlindungan kepada organ-organ internal tubuh sehingga mengurangi resiko organ-organ tersebut terluka dan sebagai tempat memproduksi sel darah. Interaksi antar otot pada tulang menyebabkan tulang dapat digerakkan. Selain itu, jaringan tulang menyediakan beberapa mineral antara lain kalsium (Ca) dan fosfor (P). Ketika diperlukan tulang akan melepaskan mineral ke dalam darah sehingga tercipta keseimbangan mineral di dalam tubuh (Nurmawati, 2007: 1). Kandungan unsur mineral pada tulang ikan tuna dapat dilihat pada tabel 2.2

Tabel 2.2 Kandungan unsur mineral pada tulang

Unsur	% Berat
Ca	34
P	15
Mg	0,5
Na	0,8
K	0,2
C	1,6
Cl	0,2
F	0,08
Zat sisa	47,62
Total	100

Jaringan keras tulang tersusun atas fasa-fasa anorganik dan organik, fasa anorganik utama tersusun dari kristal-kristal hidroksiapatit (HA) dan fasa organik terdiri atas kolagen. Secara kimiawi komposisi penyusun tulang pada basis berat, terdiri dari kurang lebih 69% anorganik, 22% organik dan 9% air. Fasa organik utama dari tulang adalah kolagen 90% berat (Darmayanto, 2009: 48). Seperti ditunjukkan dalam tabel 2.3 adalah sebagai berikut:

Tabel 2.3 komposisi Tulang Normal

Komponen	Jumlah (% Berat)
Hidroksiapatit (HA)	69
Matrik Organik	22
Kolagen	90-96
Lain-lain	4-10
Air	9

Tulang mengandung kalsium (Ca) dan fosfor (P) yang relatif konstan. Garam kalsium dan fosfor yang terdapat dalam tulang dideposit dalam jaringan matriks lunak yang terdiri dari bahan organik mengandung serat kolagen (Piliang, 2001: 78).

C. Kalsium (Ca)

Kalsium adalah mineral yang dibutuhkan oleh tubuh manusia. Menurut hasil penelitian, angka kecukupan rata-rata kalsium yang dianjurkan adalah 500-800 mg/orang tiap harinya dan untuk usia menopause kira-kira 100 mg/harinya. Tubuh memerlukan kalsium karena setiap hari tubuh kehilangan mineral tersebut melalui pengelupasan kulit, kuku, rambut dan juga melalui urine dan feses. Kehilangan kalsium harus diganti melalui makanan yang dikonsumsi oleh tubuh (Zul, 2004: 27).

Kalsium adalah salah satu unsur penting di dalam tubuh. Jumlah kalsium di dalam tubuh berkisar antara 1,5-2% dari berat badan orang dewasa, walaupun pada bayi kalsium hanya sedikit yaitu 25-30 gram. Namun, setelah usia 20 tahun akan terjadi penempatan sekitar 1.200 gram kalsium dalam tubuh. Jumlah ini terdiri dari 99% kalsium yang berada di dalam jaringan keras yaitu pada tulang dan gigi selebihnya tersebar luas di dalam tubuh. Kalsium dapat membentuk tulang dengan bekerja sama dengan fosfor, magnesium, tembaga, mangan, seng, boron, flourida, vitamin A,C,D dan trace element, trace element adalah mineral yang dibutuhkan di dalam tubuh dalam jumlah yang kecil (Wirakusuma, 2007: 33).

Fungsi utama kalsium adalah mengisi kepadatan (densitas) tulang. Kalsium di dalam tulang mempunyai dua fungsi yaitu sebagai bagian integral dari struktur tulang dan sebagai tempat penyimpanan kalsium. Kalsium juga berperan dalam pembentukan gigi. Mineral yang membentuk dentin dan email gigi adalah mineral yang sama dalam membentuk tulang (Wirakusuma, 1990: 23). Sembilan puluh sembilan persen kalsium di dalam tubuh berada pada tulang dan gigi sedangkan sisanya (1%) berada pada saraf, otot dan darah. Selain sebagai komponen struktural, kalsium bersama fosfor juga merupakan komponen metabolit yang berperan dalam proses biokimia dan fisiologis (Murniyati, 2014: 5).

Menurut (Muchtadi, 1993) kalsium memegang peranan yang sangat penting di dalam tubuh diantaranya:

1. Sebagai komponen utama pembentukan tulang dan gigi serta memelihara ketegaran kerangka tubuh
2. Mengatur proses pembekuan darah.

3. Sebagai *intaceluler regulator* atau *messenger* yaitu membantu regulasi aktivitas otot-otot kerangka, jantung dan jaringan lain.
4. Sebagai bagian dari enzim yaitu lipase, suksinat dehidrogenase, adenosin trifosfatase dan beberapa enzim proteolitik tertentu.
5. Kontaksi dan relaksasi otot. Tanpa kalsium semua kalsium akan kehilangan kemampuannya untuk berkontraksi.
6. Membantu penyerapan vitamin B₁₂ dan asam amino.
7. Mengirimkan isyarat saraf ke jaringan-jaringan tubuh.
8. Penyimpanan dan pelepasan hormon.
9. Menjaga keseimbangan osmotik.

Kalsium merupakan salah satu nutrisi esensial yang dibutuhkan untuk berbagai fungsi tubuh. Kekurangan asupan kalsium dalam tubuh manusia menyebabkan abnormalitas metabolisme terutama pada usia dini, gangguan pertumbuhan seperti tulang kurang kuat, mudah bengkok, dan rapuh (Fitriani, 2012:175). Kalsium juga bertindak sebagai mineral yang paling tersebar luas, kurang lebih terdapat 1 kg kalsium dalam tulang orang dewasa. Tulang bertindak sebagai sumber kalsium yang terionisasi darah (Miefthawati, 2013: 3)

Dalam keadaan normal sebanyak 30-35% kalsium yang dikonsumsi akan diabsorpsi oleh tubuh. Beberapa faktor penting yang mempengaruhi tingkat penyerapan kalsium dalam tubuh adalah fosfor, vitamin D, protein, nilai pH dan kelarutan, zat organik, serat makanan dan faktor lain (Nabil, 2005: 23).

Kadar kalsium dapat diuji dengan cara titrasi kompleksometri. Titrasi kompleksometri atau kelatometri adalah suatu jenis titrasi dimana reaksi antara bahan yang dianalisis dan titrat akan membentuk suatu kompleks senyawa. Kompleks

senyawa ini disebut kelat dan terjadi akibat titran dan titrat yang saling mengompleks. Kelat yang terbentuk melalui titrasi terdiri dari dua komponen yang membentuk ligan dan tergantung pada titran serta titrat yang hendak diamati. Prinsip titrasi kompleksometri adalah zat pembentukan kompleks yang dipakai berupa garam Na EDTA yang dalam titrasi dapat bereaksi dengan logam Ca dengan bantuan indikator murexid pada pH 10–11 maka larutan tersebut berwarna merah sindur. Titik akhir titrasi ditandai dengan perubahan warna dari merah muda menjadi merah ungu (Miefthawati, 2013: 4)

D. Fosfor

Fosfor adalah unsur kimia yang memiliki lambang P dengan nomor atom 15. Fosfor berupa non logam, bervalensi banyak termasuk golongan nitrogen, banyak ditemui dalam batuan fosfat anorganik dan dalam semua sel hidup tetapi tidak pernah ditemui dalam bentuk unsur bebasnya. Fosfor amatlah reaktif, ditemukan dalam berbagai bentuk dan merupakan unsur penting dalam makhluk hidup. Dalam beberapa tahun terakhir asam fosfor yang mengandung 70-75% P_2O_5 telah menjadi bahan penting pertanian dan produksi tani lainnya. Permintaan untuk pupuk secara global telah meningkatkan produksi fosfat yang banyak. Fosfat juga digunakan untuk produksi gelas spesial, seperti yang digunakan untuk membuat perabotan china dan untuk memproduksi mono-kalsiumfosfat. Fosfat juga digunakan sebagai pelunak air dan untuk menjaga korosi pipa-pipa. Fosfor juga merupakan bahan penting bagi sel-sel protoplasma, jaringan saraf dan tulang (Syamsidar, 2013:154-155).

Fosfor adalah anion utama dari cairan intraseluler (CIS). Kira-kira 85% fosfor tubuh terdapat di dalam tulang dan gigi, 14% adalah jaringan lunak dan kurang dari 1% dalam cairan ekstraseluler (CES). Karena simpanan intraseluler besar pada

kondisi akut tertentu, fosfor dapat bergerak ke dalam atau ke luar sel menyebabkan perubahan dramatik pada fosfor dalam plasma. Secara kronis peningkatan substansial atau penurunan dapat terjadi dalam kadar fosfor plasma tidak selalu menunjukkan kadar intraseluler. Meskipun kebanyakan laboratorium dan laporan elemen fosfor hampir semua fosfor yang ada dalam tubuh dalam bentuk fosfat (PO_4^{3-}) dan istilah fosfor dan fosfat sering digunakan secara bertukaran (Horne, 2001: 113).

Unsur fosfor yang terkandung dalam tubuh orang dewasa diperkirakan sekitar 12 gram per kilogram jaringan tanpa lemak, sekitar 85% dari padanya dijumpai dalam kerangka tulang. Di dalam plasma unsur ini diperkirakan sekitar 3,5 mg/100 mL plasma. Dengan memperhitungkan butir darah merah dapat diperkirakan bahwa total fosfor dalam darah adalah sekitar 30-45 mg/100 mL darah (Sukindro, 2011: 18).

Fosfor adalah senyawa penting dari semua jaringan tubuh dan mempunyai variasi luas dalam fungsi vital termasuk pembentukan substansi penyimpanan energi (ATP). Pembentukan sel darah merah 2,3 difosfoglisarat (DPG) yang memudahkan pengiriman oksigen ke jaringan-jaringan, metabolisme karbohidrat, protein dan lemak serta pemeliharaan asam-basa. Selain itu, fosfor penting untuk saraf normal dan fungsi otot dan memberi struktur penyokong untuk tulang dan gigi. Kadar PO_4^{3-} plasma bervariasi sesuai usia dengan pengecualian sedikit peningkatan pada PO_4^{3-} wanita setelah menopause. Makanan yang mengandung glukosa, insulin atau gula menyebabkan penurunan sementara PO_4^{3-} serum ke dalam sel-sel. Status asam-basa juga mempengaruhi keseimbangan fosfor (Horne, 2001:113).

Karena fosfor banyak terdapat didalam makanan, jarang terjadi kekurangan. Kekurangan fosfor bisa terjadi bila menggunakan obat *antacid* untuk menetralkan

asam lambung seperti aluminium hidroksida untuk jangka lama. Aluminium hidroksida mengikat fosfor sehingga tidak dapat diabsorpsi. Kekurangan fosfor juga bisa terjadi pada penderita yang banyak kekurangan cairan melalui urin. Kekurangan fosfor menyebabkan kerusakan tulang. Gejalanya adalah rasa lelah, kurang nafsu makan dan kerusakan tulang. Bayi prematur juga dapat menderita kekurangan fosfor karena cepatnya pembentukan tulang sehingga kebutuhan fosfor tidak bisa dipenuhi oleh ASI (Sukrindo, 2011: 19).

Fosfor merupakan salah satu mineral terbanyak dalam tubuh yang jumlahnya hanya dilampaui oleh kalsium. Jumlah fosfor rata-rata dalam tubuh pria dewasa kurang dari 700 g sedangkan kalsium 1200 g. Kira-kira 85% fosfor terdapat dalam tulang sebagai mineral dan gigi, kalsium fosfat ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$) dan hidroksiapatit ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) (Sukindro, 2011: 12).

E. Senyawa Hidroksiapatit

Nama apatite diturunkan dari bahasa Yunani yakni apate yang berarti menipu karena beragam bentuk dan warna yang dimilikinya. Mineral kelompok apatit memiliki struktur kristal hexagonal, formula umumnya $\text{A}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{Z}_2$ dan dapat dibagi menjadi flourapatite, chlorapatit dan hidroksiapatit sesuai dengan anion Z masing-masing. Beberapa jenis apatit dapat dilihat pada tabel 2.4 yaitu:

Tabel 2.4 Jenis-jenis mineral apatit

Mineral	Formula
Fluorapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$
Chlorapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{Cl}_2$
Hydroxyapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$
Podolite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{CO}_3$
Dahlite (carbonat-apatite)	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4, \text{CO}_3)_6(\text{OH})_2$
Francolite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4, \text{CO}_3)_6(\text{F}, \text{OH})_2$

Ion-ion seperti seperti F^- , Cl^- dan OH^- , mudah sekali tersubstitusi ke dalam kisi kristal dari apatite sehingga menjadikannya mirip satu sama lainnya jika tidak menentukan metode tertentu (Suryadi, 2011: 7).

Hidroksiapatit $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ adalah mineral apatit yang terdiri dari kalsium dan fosfor sebagai penyusun kerangka tulang dan gigi. Salah satu fasa kalsium fosfat untuk tulang dan gigi yang banyak dikembangkan adalah hidroksiapatit (HA). Hidroksiapatit selain memiliki sifat bioaktif juga merupakan komponen utama pada tulang dan gigi. Sifat ion kalsium (Ca^{2+}) pada hidroksiapatit dapat mengubah ion-ion. Logam berat yang beracun dan menyerap unsur-unsur kimia organik dalam tubuh. Pembuatan hidroksiapatit dapat dilakukan menggunakan sumber-sumber kalsium alami dan sintetis. Sumber kalsium alami yang sudah berhasil digunakan untuk sintesis hidroksiapatit adalah kalsium. Konsentrasi hidroksiapatit dapat berkurang karena makanan yang dikonsumsi bersifat asam sehingga mineral yang terdapat pada gigi dapat keluar dan mengakibatkan dentin dan email gigi berkurang (Dahlan, 2013: 147-148).

Hidroksiapatit (HA) yang juga sering dikenal sebagai *calcium phosphate* merupakan material yang bersifat bioaktif disebabkan rasio kalsium–fosfat pada material ini mirip dengan tulang dan gigi alami. Hidroksiapatit (HA) merupakan salah satu komponen utama penyusun tulang dan gigi.

Penyusun utama dari tulang yaitu kolagen, kalsium fosfat dan air. Sedangkan pada gigi terdapat 2 bagian utama yaitu email dan dentin. Email tersusun dari hidroksiapatit, air dan zat organik lainnya. Dentin tersusun oleh kristal hidroksiapatit, serat kolagen, protein dan air (Hastuti, 2013: 1).

Menurut Prabaningtyas (2015: 10) hidroksiapatit dapat dibedakan berdasarkan ion yang menggantikan gugus penyusun hidroksiapatit dan berdasarkan ukuran serbuknya. Berikut ini macam-macam-macam hidroksiapatit:

a. Berdasarkan gugus penyusunnya

Salah satu ion yang banyak menggantikan gugus penyusun hidroksiapatit adalah ion karbonat. Terdapat dua mekanisme substitusi gugus karbonat dalam senyawa hidroksiapatit yaitu pada saat proses pemanasan dengan temperatur rendah ion karbonat menggantikan gugus posfat menghasilkan apatit karbonat tipe B sedangkan pada saat proses pemanasan dengan temperatur tinggi ion karbonat menggantikan gugs karboksil menghasilkan apatit tipe A.

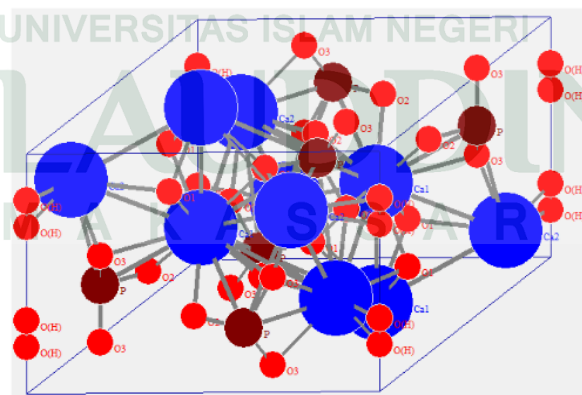
b. Berdasarkan Bentuk

Hidroksiapatit dapat digunakan dalam bentuk serbuk maupun bentuk blok untuk menggantikan cacat tulang yang terjadi karena kanker tulang. Beradasrkan penelitian Rocha (2005) hidroksiapatit yang berasal dari pengolahan serbuk memiliki potensi yang besar sebagai pengganti tulang karena sifatnya yang mudah terserap

oleh tulang dan dapat diterima oleh tubuh. Terdapat dua macam hidroksiapatit serbuk yaitu hidroksiapatit ukuran mikro dan nano.

Hidroksiapatit dengan ukuran mikro memiliki luas permukaan yang kecil dan memiliki ikatan kristal yang kuat sehingga mudah diserap oleh tubuh, meningkatkan biostabilitas dan kekuatan sedangkan hidroksiapatit dengan struktur nano memiliki kerapatan, kekuatan dan sifat yang bioaktif yang lebih baik (Prabaningtyas, 2015: 10).

Hidroksiapatit (HAp) merupakan senyawa mineral apatit dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ yang dibuat dengan rasio konsentrasi Ca/P 1,67. Pada struktur HAp terdapat dua bagian struktur yaitu heksagonal dan monoklinik. Struktur monoklinik disebabkan karena susunan OH membentuk urutan OH^+OH^- OH^+OH^- yang membuat parameter kisi b menjadi 2 kali. Akan tetapi, struktur heksagonal juga dapat diperoleh pada kondisi stoikiometrik jika susunan OH tidak teratur (Suryadi, 2011). Seperti pada gambar 2.2 berikut:



Gambar 2.2 Struktur Hexagonal

Kristal hexagonal merupakan struktur bola-bola atom yang tersusun pada satu bidang dimana satu bola atom bersinggungan dengan enam bola atom di sekitarnya.

Komposisi kimia hidroksiapatit adalah $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Kesatuan sel dari hidroksiapatit dalam 3 dimensi memiliki panjang 0,944 nm, lebar 0,944 nm, tinggi 0,688 nm dengan bentuk keseluruhan berupa jajaran genjang di permukaan atas dan bawah. Tiga ion Ca^+ terletak ditengah pada masing-masing dataran sedangkan 8 ion Ca^+ lain berada ditepi dan bergabung dengan sel lain yang berdekatan. Dua ion PO_4^{3-} terletak ditengah dan merupakan inti dari unit sel, 8 ion PO_4^{3-} terletak ditepi dan bergabung dengan 4 unit sel lainnya yang berdekatan. Delapan ion OH^- pada keempat dataran vertikal sel (Pane, 2004: 13).

Reaksi kesetimbangan terjadi juga dalam mulut. Email gigi mengandung senyawa kalsium hidroksiapatit. Di dalam mulut zat itu akan mengalami reaksi kesetimbangan. Reaksi kesetimbangan yang terjadi akan mengalami pergeseran jika mengonsumsi makanan yang bersifat asam. Makanan asam mengandung ion H^+ sehingga ion tersebut akan mengikat ion PO_4^{3-} dan OH^- akibatnya reaksi kesetimbangan bergeser kekanan sehingga konsentrasi hidroksiapatit akan berkurang akibatnya gigi dapat rusak. Menurut Saleha (2015) hidroksiapatit memiliki berat mencapai 69% dari berat tulang alami dan memiliki struktur hexagonal yang merupakan senyawa paling stabil dalam cairan tubuh serta di udara kering hingga suhu 1200°C (Saleha, 2015: 123).

Sifat hidroksiapatit yang biokompatibel dan dapat diterima dengan jaringan tubuh menjadikan materi ini dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan biomaterial (bahan selain obat yang berasal dari makhluk hidup/sintetik) yang dapat mengobati, menambah atau mengganti jaringan organ atau fungsi dari tubuh serta digunakan sebagai material pendukung untuk imobilisasi enzim (Saleha, 2015: 124).

F. Metode Sol-Gel

Sol-gel adalah sebuah metode efektif untuk sintesis hidroksiapatit, metode ini dapat memberikan pencampuran pada tingkat kalsium dan fosfor yang mampu meningkatkan sifat kimia dari hidroksiapatit yang dihasilkan. Sejumlah kombinasi prekursor kalsium dan fosfor dipergunakan untuk sintesis hidroksiapatit menggunakan proses sol-gel. Metode sol-gel merupakan suatu proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dan temperatur rendah, dimana dalam proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair (gel) (Bahri, 2015: 47). Reaksi kimia diperlukan untuk membentuk struktur apatit sangat bergantung pada sifat kimia dari masing-masing prekursor. Prekursor yang biasa digunakan yaitu asam posfat (H_3PO_4), penxid pospat (P_2O_5) dan trietil pospat. Temperatur yang dibutuhkan untuk membentuk fasa apatit adalah $> 600^\circ\text{C}$ (Suryadi, 2011: 19-20).

Teknik sol-gel saat ini banyak menarik perhatian karena memiliki banyak keuntungan seperti menawarkan pencampuran molekul kalsium dan fosfor yang mampu meningkatkan homogenitas kimia, temperatur rendah, kemurnian yang lebih baik, pembentukan kristal yang cepat. Metode sol-gel relatif sederhana sehingga dapat diterapkan dalam industri (Widodo, 2010: 3). Sol-gel merupakan metode yang sangat penting untuk meningkatkan stabilitas tulang buatan atau tulang alami.

Metode sol gel adalah sebuah teknik untuk membentuk material gelas dan keramik. Proses sol-gel diawali dengan pembentukan koloid yang memiliki padatan tersuspensi di dalam larutannya (kondisi ini disebut sol). Sol ini kemudian akan mengalami perubahan fase menjadi gel, yaitu koloid yang memiliki fraksi solid

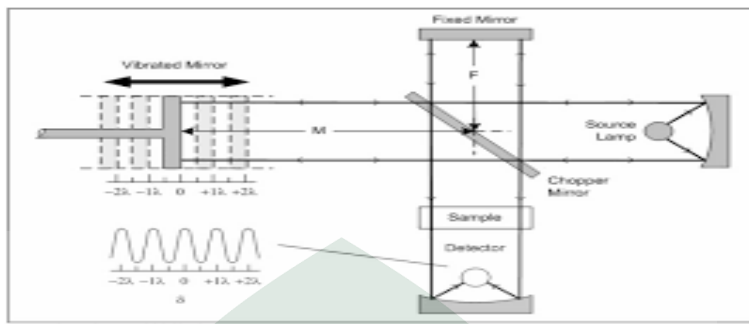
yang lebih besar daripada sol. Gel ini akan mengalami kekakuan dan dapat dipanaskan untuk membentuk keramik (Romawarni, 2011: 3).

Prinsip dasar teknik sol-gel adalah untuk membentuk larutan dari elemen-elemen senyawa yang dikehendaki (prekursor) dalam pelarut organik sehingga terjadi pencampuran pada tingkat molekuler yang dapat meningkatkan homogenitas kimia partikel serbuk, mempolimerisasi prekursor tersebut untuk membentuk gel, kemudian mengeringkan serta membakar gel tersebut untuk menghilangkan komponen organik yang terkandung (Sopyan, 2002: 200).

Hidroksiapatit dapat dibuat dengan metode basah atau metode sol-gel karena hasil sampingnya berupa air, kemungkinan kontaminasi selama pengolahan sangat rendah, reaksinya juga sederhana, cocok untuk industri skala besar dan tidak mencemari lingkungan (Kehoe, 2008: 7).

G. Spektrofotometer FTIR

Spektrofotometer FTIR merupakan salah satu alat yang dapat digunakan untuk identifikasi senyawa, khususnya senyawa organik, baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisis dilakukan dengan melihat bentuk spektrumnya yaitu dengan melihat puncak-puncak spesifik yang menunjukkan jenis gugus fungsional yang dimiliki oleh senyawa tersebut. Gambar sederhana FTIR dapat dilihat pada gambar 2.3 berikut:



Gambar 2.3 Spektrofotometer FTIR

Spektrum inframerah terletak pada daerah dengan panjang gelombang berkisar 0,78-1000 μm atau bilangan gelombang 12.800 sampai 10^{-7} . Instrumetasi spektrum inframerah dibagi ke dalam tiga radiasi yaitu infra merah dekat, inframerah pertengahan dan inframerah jauh. Aplikasi spektroskopi inframerah sangat luas, baik untuk analisis kuantitatif maupun kualitatif. Penggunaan yang paling banyak adalah pada daerah pertengahan dengan kisaran bilangan gelombang 4000 sampai 670 cm^{-1} atau dengan panjang gelombang 2,5-15 μm . kegunaan yang paling penting adalah untuk identifikasi senyawa organik karena spektrumnya sangat kompleks yaitu terdiri dari banyak puncak-puncak. Spektrum inframerah dari senyawa organik mempunyai sifat fisik yang khas artinya kemungkinannya kecil sekali dua senyawa yang mempunyai spektrum yang sama. Selain penggunaan spektroskopi inframerah untuk mempelajari molekul dan membran biologis, teknik ini juga digunakan dalam biokimia untuk meneliti struktur molekul murni intermediet seperti obat-obatan (Bintang. 2010: 197-198).

Konsep dari pengujian ini adalah memberikan radiasi kepada sampel sehingga nanti akan diketahui perilaku sampel tersebut terhadap radiasi yang diberikan apakah radiasi tersebut ada yang diserap atau dilewatkan. Metode FTIR adalah bagian dari metode pengujian berbasis serapan spektroskopi. Tujuannya adalah untuk

mengetahui seberapa baik sebuah sampel menyerap cahaya pada tiap gelombang pada FTIR. Sampel disinari oleh sebuah berkas cahaya sekaligus yang mengandung banyak frekuensi cahaya berbeda dan mengukur banyaknya berkas cahaya yang diserap oleh sampel. Berkas cahaya tersebut dihasilkan dari sebuah sumber cahaya pita lebar yang mengandung panjang gelombang spektrum penuh untuk diukur. Setelah itu berkas cahaya tersebut ada yang diteruskan dan ada yang diblokir, cahaya yang diteruskan akan dipantulkan oleh salah satu cermin yang digerakkan untuk menghasilkan sebuah panjang gelombang berbeda sebagai sebuah data poin yang baru. Kemudian diteruskan kekomputer untuk merubah data mentah tersebut menjadi hasil spektrum yang diinginkan(Suryadi, 2011: 28-29).

Analisis FTIR biasa digunakan untuk mengetahui karakterisasi senyawa yang diinginkan yang ditandai dengan pita-pita yang khas. Pita yang karakteristik dari alkohol dihasilkan dari vibrasi ikatan OH dengan intensitas kuat dan lebar pada daerah $3000-3700\text{ cm}^{-1}$ pita ini sangat jelas terlihat sehingga sangat mudah teridentifikasi.

Ikatan hidrogen dapat mempengaruhi bentuk dan frekuensi pita serapan dari gugus fungsi tertentu, contohnya O-H dan N-H. Gugus O-H bebas akan memberikan serapan dengan frekuensi yang lebih besar dan intensitas yang tajam sedangkan gugus O-H terikat (terjadinya ikatan hidrogen) memberikan serapan dengan frekuensi yang lebih rendah dan lebar (Supratman, 2006: 71). Intensitas yang paling tinggi merupakan gugus posfat (PO_4^{3-}) yang ditandai dengan vibrasi bending dari stretching dari ikatan P-O yang terdapat pada kisaran bilangan gelombang antara 1000-1150

cm^{-1} (Susikumar, 2006). Daerah spektrum inframerah pada FTIR dapat dilihat pada tabel 2.5 berikut:

Tabel 2.5 Daerah Spektrum Inframerah

Daerah	Panjang Gelombang (λ) μm	Bilangan Gelombang (σ) Cm^{-1}	Frekuensi (ν) Hz
Dekat	0,78-25	12.800-4000	$3,8 \times 10^{14} - 1,2 \times 10^{14}$
Pertengahan	2,5-50	4000-200	$1,2 \times 10^{14} - 6,0 \times 10^{12}$
Jauh	50-100	200-10	$6,0 \times 10^{12} - 3,0 \times 10^{11}$

Prinsip dari FTIR adalah jika radiasi inframerah dikenakan pada sampel senyawa organik, beberapa frekuensi bisa diserap oleh senyawa tersebut. Dalam alat FTIR terdapat bimsplitter yang berfungsi untuk membagi dua cahaya ke dua cermin yang kemudian difokuskan ke sampel cahaya yang tembus ke sampel ditangkap oleh detektor yang kemudian akan terbaca di monitor, cahaya yang dapat menembus sampel berarti memiliki panjang gelombang yang besar karena cahaya tersebut saling besinggungan satu sama lain. Jumlah frekuensi yang melewati senyawa diukur sebagai transmittan.

H. X-Ray Floresence (XRF)

XRF merupakan alat yang digunakan untuk menganalisis komposisi kimia beserta konsentrasi unsur-unsur yang terkandung dalam suatu sampel secara kualitatif dan kuantitatif dengan menggunakan metode spektrofotometri. XRF dapat digunakan untuk menentukan elemen utama dengan akurasi yang tinggi dan analisis kualitatif terhadap sampel dilakukan tanpa menggunakan standar serta minimalnya preparasi terhadap sampel. Limit deteksi untuk mendeteksi elemen berat sekitar 10-100 ppm

sedangkan untuk elemen yang lebih ringan daripada natrium sangat sulit bahkan tidak mungkin terdeteksi. Alat XRF sederhana dapat dilihat pada gambar 2.4.

Teknik pengujian dengan XRF digunakan untuk menentukan komposisi unsur suatu mineral. Karena teknik pengujian ini sangat cepat dan tidak merusak dari sampel yang akan diuji. Tergantung pada penggunaannya XRF dapat dihasilkan tidak hanya oleh sinar X tetapi juga pada sumber eksitasi primer yang lain seperti partikel alpha, proton atau sumber elektron dengan energi yang tinggi (Krisnawan, 2009: 23).



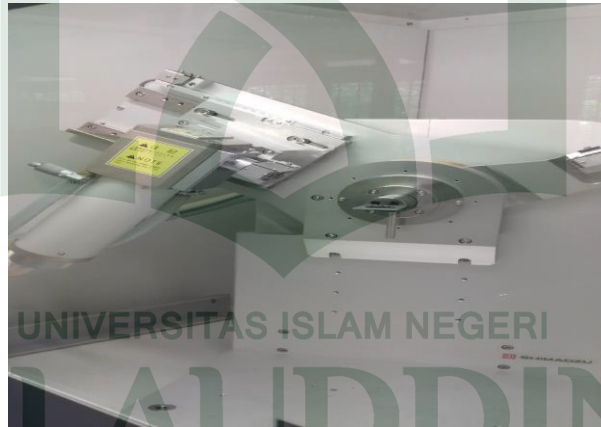
Gambar 2.4 Instrumen X-Ray Fluorescence (XRF)

Prinsip kerja metode analisis XRF berdasarkan terjadinya tumbukan atom-atom pada permukaan sampel oleh sinar-X dari sumber sinar-X. Foton yang memiliki energi tinggi pada XRF menembak elektron pada kulit dalam (biasanya kulit K atau L) yang menyebabkan elektron tersebut berpindah ke lapisan kulit luarnya. Pada saat yang bersamaan, kulit dalam terjadi kekosongan elektron dan menyebabkan keadaan yang tidak stabil sehingga elektron dari kulit di atasnya berpindah mengisi kekosongan dengan mengemisikan sinar (*fluorescence*), dengan energi sebesar perbedaan energi dari kedua keadaan dan panjang gelombang sesuai dengan

karakteristik dari tiap elemen. Intensitas sinar yang diemisikan sebanding dengan konsentrasi dari tiap elemen (Bahri, 2015: 23).

I. *X-Ray Diffraction (XRD)*

X-ray diffractometer (XRD) merupakan alat yang digunakan untuk mengarakterisasi struktur kristal dan ukuran kristal dari suatu bahan padat. Semua bahan yang mengandung kristal tertentu ketika dianalisa menggunakan XRD akan memunculkan puncak–puncak yang spesifik. XRD adalah suatu metode yang didasari oleh difraksi sinar-x (Hardiyanti, 2013: 3). Alat X-Ray Diffraction dapat dilihat pada gambar 2.5 sebagai berikut

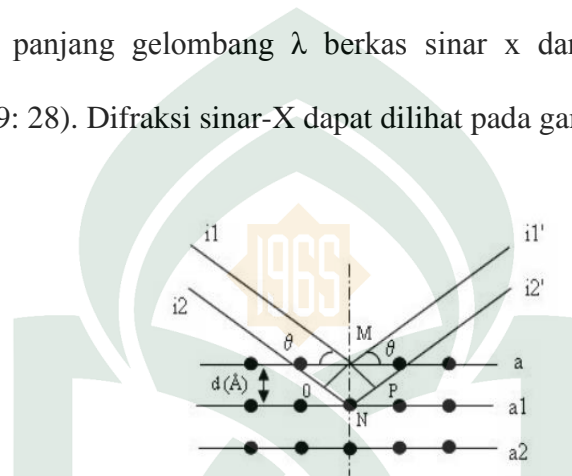


Gambar 2.5 X-Ray Diffraction (XRD)

Data yang diperoleh dari metode karakterisasi XRD adalah sudut hamburan (sudut Bragg) versus intensitas. Sudut difraksi sangat bergantung kepada lebar celah kisi sehingga mempengaruhi pola difraksi, sedangkan intensitas cahaya difraksi bergantung dari berapa banyak kisi kristal yang memiliki orientasi yang sama.

Metode ini dapat digunakan untuk menentukan sistem kristal, parameter kisi, derajat kristalinitas, dan fasa yang terdapat dalam suatu sampel (Hardiyanti, 2013: 3).

Hukum Bragg “Bila berkas sinar x mengenai suatu bahan kristalin, berkas ini akan didifraksi oleh bidang atom dalam kristal tersebut. Berkas sudut difraksi θ tergantung pada panjang gelombang λ berkas sinar x dan jarak d antar bidang (Krisnawan, 2009: 28). Difraksi sinar-X dapat dilihat pada gambar 2.6



Gambar 2.6 Difraksi sinar-X oleh atom-atom pada bidang

Jenis fasa dan kristalisasi hidroksiapatit dianalisis menggunakan perangkat X-ray diffractometer (XRD) merek shimadzu maxima dengan panjang gelombang ($\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$) sampel disiapkan sebanyak 2 mg ditempatkan di dalam holder yang berukuran $(2 \times 2) \text{ m}^2$ pada diffractometer. Tegangan yang digunakan adalah 40 kV dan harus generatornya sebesar 30 mA. Sudut awal yang diambil pada 5° dan sudut akhir dengan kecepatan baca $4^\circ/\text{menit}$. Hasilnya berupa grafik fase yang teridentifikasi berdasarkan intensitas dan sudut 2θ yang terbentuk. Penentuan fase yang muncul mengacu pada *joint comite on powder diffraction standar* (Riyanto, 2013: 123).

Berdasarkan hasil data XRD ukuran partikel didapat dengan menghitung FWHM (Full width Half Maximum) dapat ditentukan ukuran partikel menggunakan formula Scherer sebagai berikut :

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta}$$

Dengan D adalah ukuran partikel, B lebar setengah puncak maksimum (Full Width Maximum). λ adalah panjang gelombang sinar X dan θ adalah sudut Bragg pada puncak difraksi (Hadiati, 2013: 23).

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilakukan di laboratorium kimia analitik Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar, di laboratorium kimia organik Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin (UNHAS) dan laboratorium XRF dan XRD Universitas Hasanuddin (UNHAS) pada bulan Juni-Oktober 2016

B. Alat dan Bahan

1. Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu X-Ray *Diffraction* shimadzu maxima XRD-7000, X-Ray *Flourescence* (XRF) ARL QUANT'X EDXRF, Fourier Transform Infrared (FTIR) Shimadzu, Sieve shaker As 200, oven, neraca analitik, magnetik stirer, hot plate, pipet skala 10 ml, alat-alat gelas laboratorium, termometer 110°C, toples kaca, statif dan klem, batang pengaduk, spatula dan bulb.

2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada percobaan ini yaitu aquades (H_2O), asam fosfat (H_3PO_4) 80%, aseton (C_3H_6) 98%, etanol 96%, ikan tuna (*Thunnus albacores*).

C. Prosedur Kerja

1. Preparasi sampel

Merebus tulang ikan sebanyak 2 kg pada suhu 80°C selama 30 menit. Setelah itu dilakukan pembersihan terhadap daging yang masih menempel dan pencucian dengan air dan dicuci lagi dengan aquadest kemudian dilakukan perendaman dengan larutan aseton selama 3x24 jam dengan pergantian pelarut setiap 1x24 jam, setelah itu tulang ikan tuna dikeringkan selanjutnya dilakukan kalsinasi dengan menggunakan tanur pada suhu 900°C selama 5 jam, kemudian sampel digerus setelah itu sampel di ayak dengan ayakan 100 mesh sebelum di ayak sampel dioven dengan suhu 105°C selama 30 menit.

2. Pembuatan Larutan H_3PO_4 80%

Memipet asam posfat sebanyak 94,11 mL kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL kemudian dilarutkan dengan aquades setelah itu dihimpitkan sampai tanda batas.

3. Analisis dengan X-Ray Flourescence (XRF)

Menyalakan alat dan monitor, pada saat dinyalakan muncul tampilan display pada monitor untuk langkah pengoperasian alat XRF pada tampilan counter pada layar menunjukkan angka 0 s/d 10 cps, dilakukan kalibrasi terlebih dahulu. Selanjutnya ketika XRF dioperasikan spinner sampel holder dengan holder (tempat sampel) yang berukuran 3 cm yang berjumlah 10 lubang pada satu piringan akan bergerak menuju posisi holder satu dan berhenti secara otomatis pada tampilan display digital DX-95 akan menunjukkan angka yang sama. Kondisi

pengukuran pada tegangan 14 kV dan kuat arus 90 μ A setiap pengukuran memerlukan waktu 300 detik.

4. Sintesis hidroksiapatit dengan menambah asam pospat (H_3PO_4)

Menimbang serbuk kalsium oksida (CaO) sebanyak 5,0013 gram kemudian dilarutkan dengan etanol 96% sebanyak 25 ml, larutan H_3PO_4 80% sebanyak 25 mL yang telah dibuat dimasukkan kedalam buret. Sampel yang tercampur dengan etanol 96% ditetaskan dengan asam posfat (H_3PO_4) sambil diaduk dengan menggunakan magnetik stirer dengan kecepatan 300 rpm pada suhu 37°C selama 2 jam, setelah itu sampel dipanaskan dengan menggunakan penangas air pada suhu 60°C selama 1 jam selanjutnya sampel didiamkan selama 1x24 jam kemudian sampel diaduk kembali menggunakan magnetik stirer sampai sampel berbentuk gel. Gel yang sudah terbentuk dipanaskan dengan memasukkan ke dalam oven pada suhu 105°C selama 12 jam setelah itu sampel ditanur dengan suhu 400°C , 600°C , 900°C selama 5 jam kemudian sampel di uji menggunakan FTIR, XRD dan XRF. Setelah dilakukan sintesis maka hasil yang diperoleh dapat dihitung rendamennya dengan menggunakan rumus:

$$\text{Rendamen} = \frac{\text{Bobot akhir sampel}}{\text{Bobot awal sampel}} \times 100\%$$

5. Analisis dengan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Disiapkan sampel kemudian dicampur dengan KBr dengan perbandingan 1:10 (sampel:KBr) setelah dicampur sampel dipadatkan dengan menggunakan tekanan dengan menggunakan pompa kompresi *hydraulic* dengan kekuatan 100

ton (kg newton) serta pompa vakum selama 15 menit. Yang bertujuan untuk membuat pellet. Diusahakan pellet yang terbentuk mempunyai ketebalan 0,3 mm (transparan) selanjutnya dibuka pellet secara hati-hati dan dipindahkan ke dalam sel holder menggunakan spatula setelah Selanjutnya sampel dimasukkan ke dalam alat FTIR. Kemudian peak-peak terbaca monitor kemudian tentukan dan analisa gugus fungsinya.

6. Identifikasi Hidroksiapatit menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Melakukan kalibrasi alat dan mengatur *XG control* berupa arus, *water flow* shutter dan *door open*. Kemudian sambil menunggu kalibrasi alat, sebanyak 2 mg sampel di tempatkan di dalam *holder* yang berukuran $(2 \times 2) \text{ cm}^2$ pada difraktometer. Tegangan yang digunakan adalah 40 kV dan arus generatornya sebesar 30 mA dengan sumber $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$) hasilnya berupa grafik yang teridentifikasi berdasarkan intensitas dan sudut 2θ yang terbentuk. Penentuan fase yang muncul mengacu pada *Joint Commite on Powder Difrraction Standart* (JCPDS).

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Pengamatan

1. Tabel Pengamatan Komposisi Kimia serbuk Tulang Ikan Tuna dengan Menggunakan XRF.

Analisis komposisi kimia pada serbuk tulang ikan tuna (*Thunnus albacores*) menggunakan alat XRF.

Tabel 4.1 Komposisi Kimia Serbuk Tulang Ikan Tuna (*Thunnus sp*)

No.	Unsur	Kadar (%)
1	Ca	76,83
2	P	22,78
3	Sr	0,325
4	Nb	0,0234
5	Mo	0,0136

2. Tabel Pengamatan Rendamen dan Warna dari Hasil Sintesis Tulang Ikan Tuna Sirip Kuning (*Thunnus albacores*).

Tabel pengamatan analisis rendemen dan warna yang dihasilkan dari sintesis tulang ikan, dimana yang digunakan yaitu tulang ikan tuna (*Thunnus albacores*) yang diharapkan dapat terbentuk senyawa hidroksiapatit. Variasi yang digunakan yaitu variasi suhu kalsinasi yaitu 400°C, 600°C dan 900°C. Adapun hasil analisis dapat dilihat pada tabel 4.1.

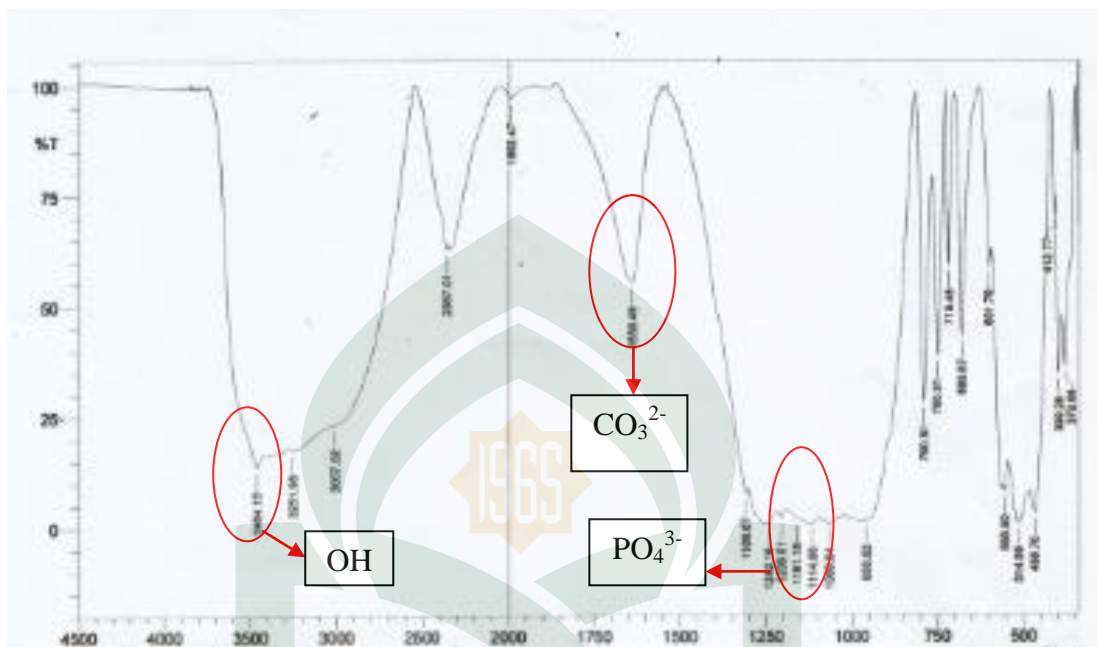
Tabel 4.2 Rendamen dan Warna Hasil Sintesis

Sampel/Variasi	Rendamen	Warna
400°C	360,585%	Warna abu-abu muda, sampel masih basah dan sedikit cair
600°C	377,359%	Warna abu-abu gelap, sampel berbentuk kristal kaca
900°C	304,642%	Warna bening, sampel berbentuk kristal kaca

4. Analisis FTIR

Analisis FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada sampel berdasarkan peak-peak yang ditampilkan pada layar monitor. Panjang gelombang pada FTIR yaitu $400\text{--}4000\text{ cm}^{-1}$.

a. Suhu 400°C



Gambar 4.1 Spektrum FTIR Sintesis Hidroksiapatit suhu 400°C

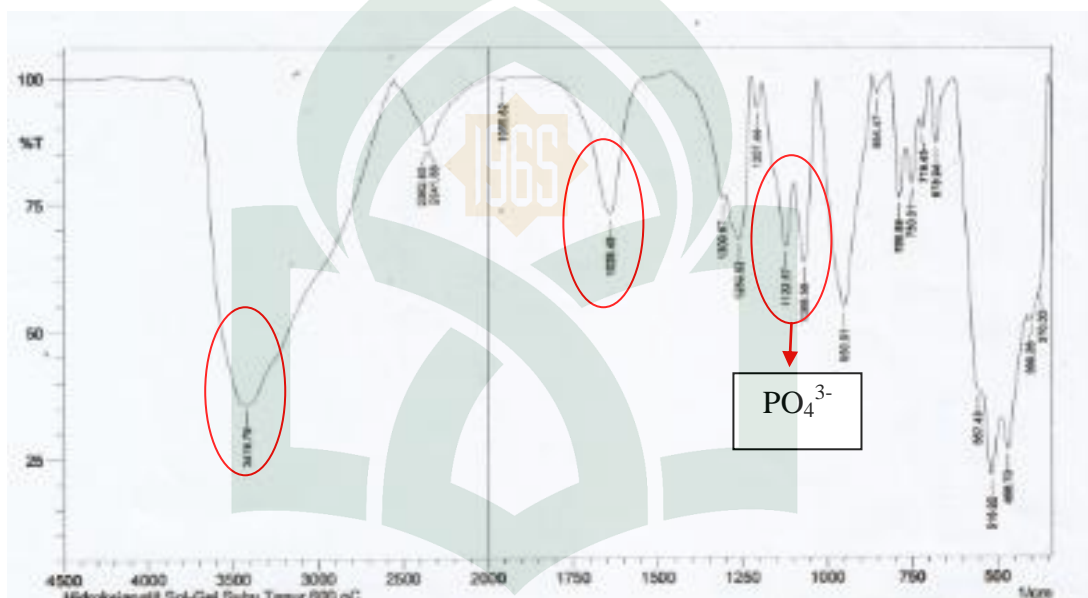
Tabel 4.3 Gugus Fungsi Sintesis Hidroksiapatit Suhu 400°C

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹) Hidroksiapatit Hasil Sintesis	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)
O-H	3464,15	3700-3000
CO ₃ ²⁻	1639,49	1700-1400
PO ₄ ³⁻	1161,15-1066,64	1150-1000

Pada gambar 4.1 terdapat bilangan gelombang yang berbeda-beda yaitu pada bilangan gelombang 3464,15 cm⁻¹ muncul gugus khas OH menunjukkan pita yang lebar dan kuat yang mana gugus OH rentang muncul pada bilangan gelombang 3000-3700 cm⁻¹. Pada bilangan gelombang 1639,49 cm⁻¹. Pada bilangan gelombang

1639,39 cm^{-1} menunjukkan gugus CO_3^{2-} yang biasanya rentang pada bilangan gelombang 1400-1700 cm^{-1} . Pada bilangan gelombang 1161,15 cm^{-1} -1066,64 cm^{-1} yang menunjukkan dengan gugus (PO_4^{3-}) dengan pita yang kuat yang biasanya rentang pada bilangan gelombang 1000-1150 cm^{-1} .

b. Suhu 600°C



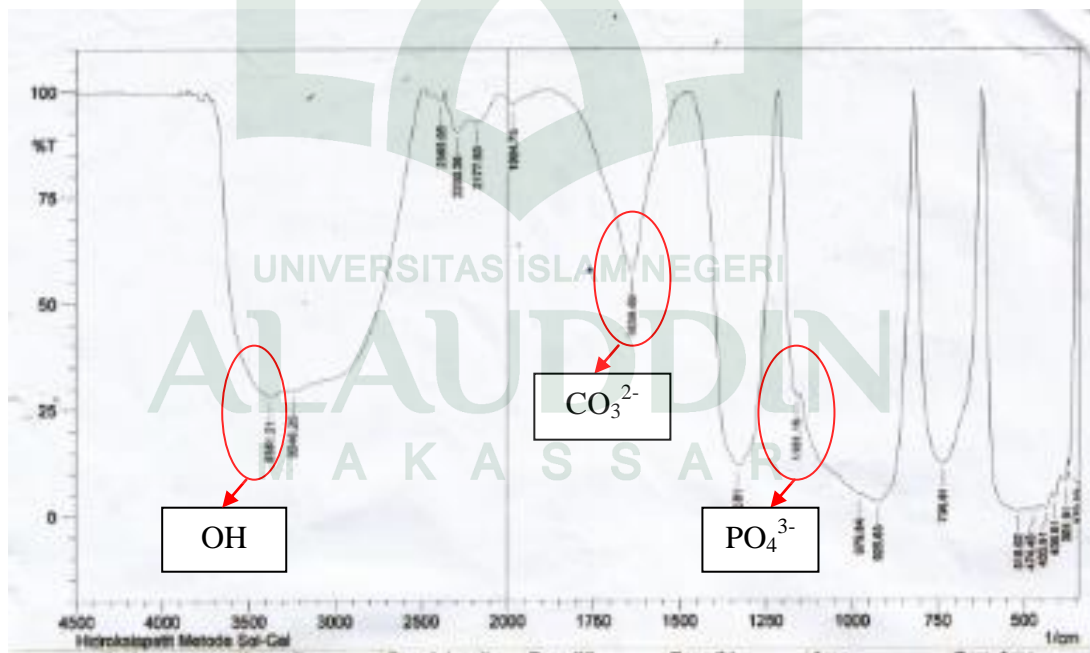
Gambar 4.2 Spektrum FTIR Sintesis Hidroksiapatit suhu 600°C

Tabel 4.4 Gugus Fungsi Sintesis Hidroksiapatit Suhu 600°C

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Bilangan Gelombang (cm^{-1})
	Hidroksiapatit Hasil Sintesis	
O-H	3419,79	3700-3000
CO_3^{2-}	1639,49	1700-1400
PO_4^{3-}	1068,56- 1122,57	1150-1000

Pada gambar 4.2 terdapat bilangan gelombang $3419,79\text{ cm}^{-1}$ muncul gugus khas OH yang menunjukkan pita yang kuat dan lebar yang mana gugus OH muncul pada rentang bilangan gelombang $3000\text{-}3700\text{ cm}^{-1}$. Pada bilangan gelombang $1639,49\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan gugus (CO_3^{2-}) yang biasanya rentang pada bilangan gelombang $1400\text{-}1700\text{ cm}^{-1}$. Pada bilangan gelombang $1068,56\text{ cm}^{-1}$ - $1122,57\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan gugus (PO_4^{3-}) yang ditandai dengan pita yang kuat dan tajam yang disebabkan karena semakin besar jumlah posfat yang direaksikan dengan kalsium maka semakin banyak pula gugus posfat yang terbentuk yang terdapat pada bilangan gelombang $1000\text{-}1150\text{ cm}^{-1}$ (Pattanayak dkk, 2005).

c. Suhu 900°C



Gambar 4.3 Spektrum FTIR Sintesis Hidroksiapatit suhu 900°C

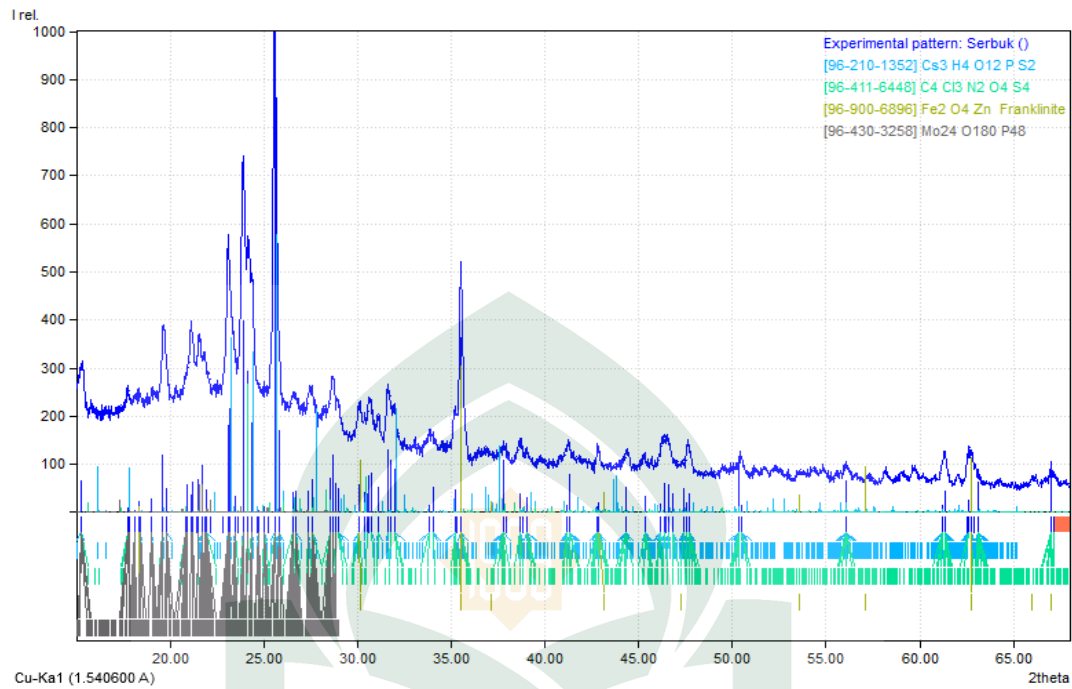
Tabel 4.5 Gugus Fungsi Sintesis Hidroksiapatit Suhu 600°C

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm⁻¹) Hidroksiapatit Hasil Sintesis	Bilangan Gelombang (cm⁻¹)
O-H	3381,21	3700-3000
CO ₃ ²⁻	1639,49	1700-1400
PO ₄ ³⁻	1161,15	1200-1000

Pada gambar 4.3 terdapat pada bilangan gelombang 3381,21 cm⁻¹ menunjukkan gugus khas OH terdapat pita yang intensitas kuat dan lebar yang mana gugus OH muncul pada bilangan gelombang 3000-3700 cm⁻¹. Pada bilangan gelombang 1639,49 cm⁻¹ menunjukkan gugus CO₃²⁻ yang biasanya rentang pada bilangan gelombang 1400-1700 cm⁻¹. Gugus CO₃²⁻ yang ditandai oleh adanya C-O, kehadiran gugus tersebut adalah reaksi antara atmosfer dengan CO₂ yang terdapat dalam atmosfer pada saat sintesis dan perlakuan panas.

5. Analisis XRD

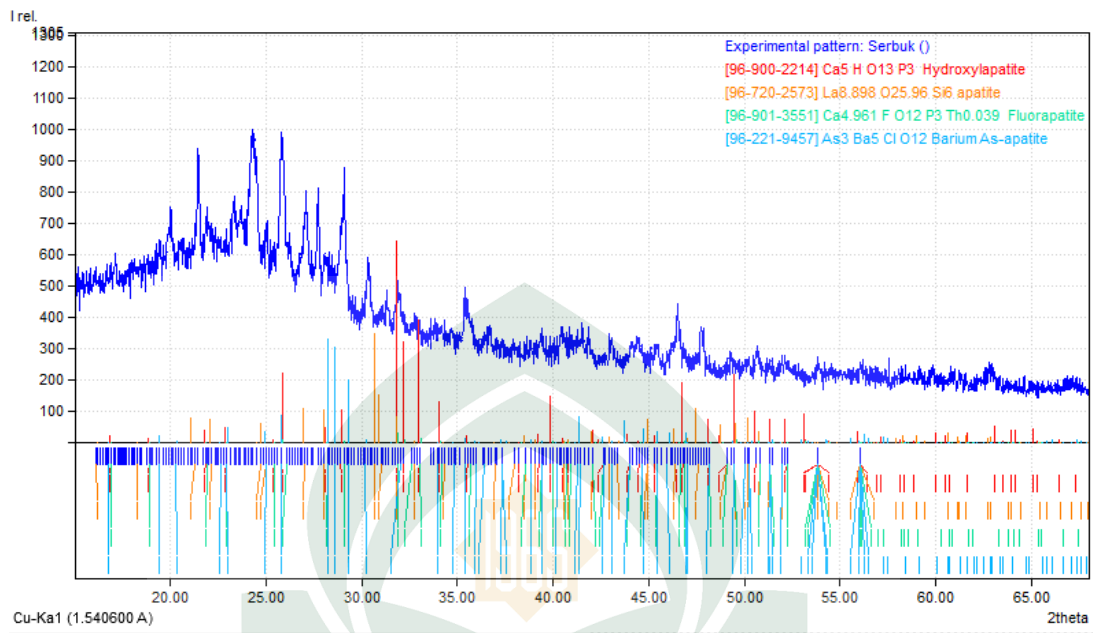
Karakterisasi difraksi sinar-x diperlukan untuk mengetahui fasa yang terdapat pada sampel, menentukan ukuran kristal. Karakterisasi sinar-x dilakukan dengan menggunakan alat XD-7000 Shimadzu maxima yaitu dengan meletakkan sampel 200 mg pada aluminium yang berdiamter 2 cm. Kemudian sampel tersebut akan dikarakterisasi menggunakan alat XRD dengan sumber Cu yang memiliki panjang gelombang 1,5406 Å sedangkan sudut difraksi yang digunakan yaitu sebesar 10° sampai 60°



Gambar 4.4 Spektrum XRD Suhu 400°C

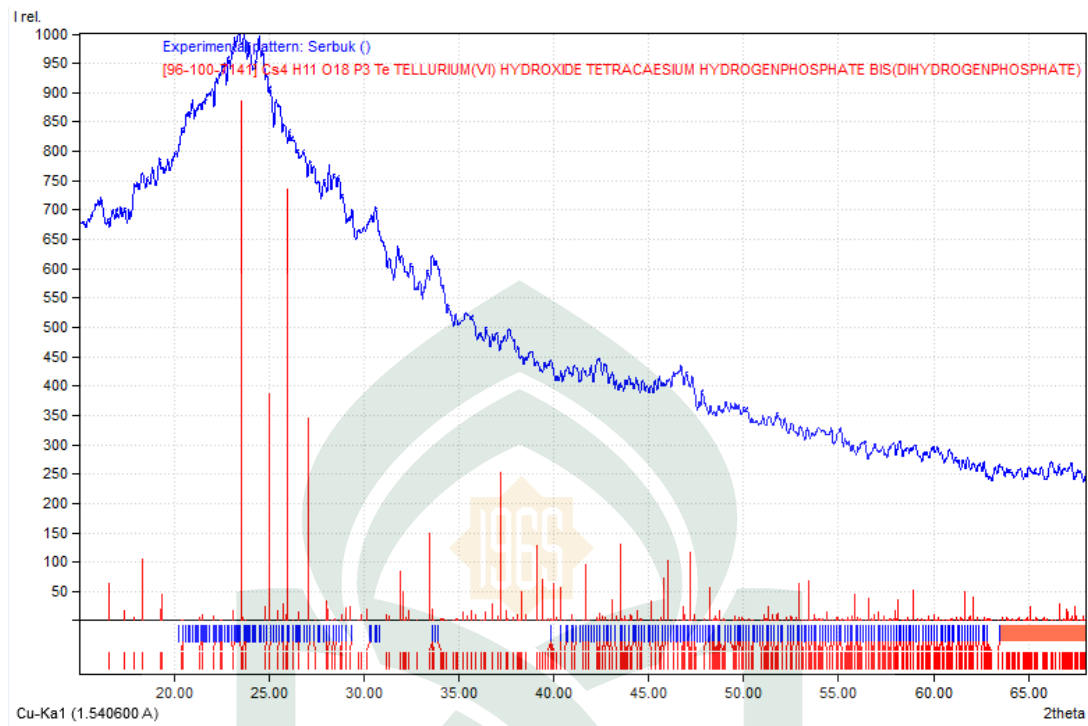
Berdasarkan gambar 4.4 pada data XRD dengan suhu sintering pada sampel 400°C menunjukkan sudut 2θ puncak tertinggi yaitu $25,69^\circ$ dan sudut-sudut lain terbentuk $23,96^\circ$, $35,58^\circ$. Pada data XRD difaktogram yang ditampilkan bukan senyawa hidroksiapatit karena adanya faktor pada saat pembakaran dan juga akibat ketidak sempurnaan reaktan untuk bereaksi pada waktu yang tersedia (Iis Sopian, 2002).

ALAUDDIN
M A K A S S A R



Gambar 4.5 Spektrum XRD Suhu 600°C

Berdasarkan gambar 4.5 pada suhu sintering 600°C dengan data XRD yang diperoleh terdapat puncak yang tertinggi puncak tertinggi ditunjukkan pada sudut 2θ yaitu 25, 90° dan 24,40°. Pada data terbentuk tiga senyawa dengan data JCPDS 96-900-2214 terdapat senyawa hidroksiapatit, JCPDS 96-720-2573 terdapat senyawa apatit dan JCPDS 96-900-3551. Senyawa yang paling dominan terbentuk yaitu hidroksiapatit 81,6%, apatit 34,8% dan fluoroapatit 3,6% terbentuk kristal hexagonal dengan parameter kisi $a=10,5570 \text{ \AA}$, $c = 7,7391 \text{ \AA}$.



Gambar 4.6 Spektrum XRD Suhu 900°C

Berdasarkan gambar 4.6 data XRD difraktogram pada suhu sintering 900°C yang ditampilkan berbentuk puncak yang lebar yang menandakan tidak terbentuknya senyawa hidroksiapaatit.

Tabel 4.6 Data Hasil Kuantitatif Yang Menunjukkan Struktur dan Bentuk Struktur Kristal

Hasil Analisis	Variasi Suhu Sintering (°C)		
	400	600	900
Bentuk Kristal	Monoclinic	Hexagonal	Monoclinic
Parameter Kisi	a = 19,5460 Å	a = 10,5570 Å	a = 9,5910 Å
	c = 9,1854 Å	c = 7,7391 Å	c = 8,3670 Å

B. Pembahasan

1. Preparasi tulang ikan tuna (*Thunnus albacores*)

Preparasi dilakukan untuk menghilangkan sisa-sisa daging yang menempel tulang ikan tuna. Sampel tulang ikan tuna diperoleh dari KIMA PT. Indo Tuna Daya Makassar. Preparasi diawali dengan perebusan dilakukan pada suhu 100°C selama 30 menit, pemasakan dilakukan untuk mempermudah pembersihan tulang terhadap daging dan darah yang masih menempel pada tulang ikan tuna setelah itu sampel dicuci menggunakan air untuk memastikan tidak ada lagi daging yang menempel pada tulang ikan tuna. Setelah itu sampel dipotong-potong kecil untuk menghilangkan ligamen-ligamen pada tulang ikan setelah dipotong kecil-kecil sampel dijemur dibawah sinar matahari. Kemudian sampel dicuci dengan air biasa selanjutnya dicuci lagi menggunakan aquadest untuk memastikan kotoran pada saat pengeringan sudah tidak ada lagi. Selanjutnya sampel direndam dengan aseton selama 3x24 jam dengan

penggantian pelarut setiap 1x24 jam yang bertujuan untuk menarik senyawa organik yang terdapat pada tulang.

1. *Proses kalsinasi sampel*

Teknik yang dilakukan yaitu teknik sintering (pemanasan dengan suhu tinggi). Atau biasa juga disebut dengan destruksi kering dengan menggunakan tanur pada suhu 900°C untuk menghilangkan karbonat yang merupakan penghambat dalam pembentukan kristal serta untuk menghilangkan seluruh unsur organik yang terkandung dalam tulang ikan.



Kalsinasi adalah proses pemanasan, penghilangan kandungan air, karbon dioksida atau gas lain yang mempunyai ikatan kimia dengan materi pada temperatur tinggi dibawah titik leleh dari zat penyusun materi. Kalsinasi adalah dekomposisi termal/penguraian temperatur yang dilakukan terhadap materi agar terjadi dekomposisi dan mengeliminasi senyawa yang berikatan secara kimia karena dengan panas maka ikatan kimia akan menjadi renggang dan pada temperatur tertentu atom-atom yang berikatan akan bergerak sangat bebas menyebabkan terputusnya ikatan kimia. Suhu 900°C cukup untuk mengurai zat organik dan air yang terdapat pada sampel.

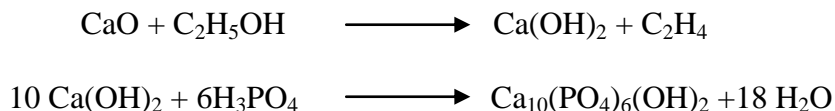
2. Uji pendahuluan dengan menggunakan XRF

Uji kuantitatif sampel tulang ikan tuna dengan menggunakan alat instrumen XRF. Analisis sampel XRF dilakukan untuk mengetahui komposisi kimia yang ada dalam tulang ikan tuna.

Tabel 4.2 menunjukkan bahwa komponen yang paling banyak 76% dan posfor (P) 22,78%. Ini menunjukkan bahwa komposisi kimia yang terdapat pada tulang ikan mayoritas kalsium dan fosfor. Sisanya merupakan unsur-unsur logam lain dengan presentasi sangat kecil yaitu Sr 0,375%, Nb 0,0234% dan Mo 0,0136%.

3. Sintesis hidroksiapatit

Metode yang digunakan yaitu metode sol-gel, proses sol diawali dengan pembentukan koloid yang memiliki padatan tersuspensi dalam larutannya. Sol ini kemudian akan mengalami perubahan fase menjadi gel yang koloid yang memiliki fraksi solid yang lebih besar daripada sol. Gel ini akan mengalami kekakuan yang dapat dipanaskan untuk membentuk keramik. Hal yang pertama dilakukan yaitu menimbang serbuk CaO kemudian menambahkan etanol (C_2H_5OH) 96% kemudian diaduk menggunakan magnetik stirer sambil ditetes-tetesi asam posfat 80% dengan kecepatan 1 mL/menit selama 2 jam dengan suhu $35^{\circ}C$. Fungsi penambahan etanol untuk mendapatkan $Ca(OH)_2$. Pencampuran asam posfat (H_3PO_4) secara perlahan-lahan agar dapat tercampur sempurna, asam posfat (H_3PO_4) 80% yang berfungsi untuk mengentalkan sampel.



Selanjutnya sampel dipanaskan selama 1 jam diatas penangas air dengan suhu 60°C untuk menguapkan sebagian pelarut yang tidak diinginkan. Setelah itu sampel didiamkan selama 1x24 jam. Setelah itu sampel diaduk menggunakan magnetik stirer dengan kecepatan 300 rpm dengan suhu 60°C sampai sampel berbentuk gel. Sampel dioven selama 12 jam untuk menguapkan sisa-sisa pelarut yang terdapat pada sampel kemudian sampel ditanur dengan suhu 400, 600 dan 900°C masing-masing selama 5 jam atau biasa disebut juga destruksi kering yang bertujuan untuk merombak senyawa-senyawa organik yang terdapat pada sampel. Hasil yang diperoleh pada suhu 400°C sampel masih berwujud cairan kental berwarna abu-abu terang yang menandakan belum sempurnanya pemanasan pada sampel.

Pada suhu 600°C sampel berbentuk keramik kaca tetapi berwarna abu-abu, kondisi ini menunjukkan bahwa serbuk tersebut masih terdapat komponen-komponen organik dan belum memperlihatkan tingkat kemurnian yang tinggi. Warna abu-abu pada sampel suhu sintering rendah (600°C) disebabkan masih adanya sisa senyawa organik berupa karbon yang terdapat pada tulang ikan. Komponen organik dalam ikan meliputi 30% materialnya, sedangkan 60-70% bagian berupa kalsium fosfat dan hidroksiapatit (Purwasasti, 2008: 64). Pada suhu 900°C sampel berbentuk keramik kaca putih menandakan pemanasan yang sempurna pada senyawa hidroksiapatit dan tidak terjadi lagi degradasi pada senyawa organik yang terdapat pada sampel.

Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan variasi suhu sintering (400°C , 600°C dan 900°C) dan pengaruh terhadap rendemen yang dihasilkan. Untuk menghitung presentasi kadar (rendemen) yang dihasilkan dapat dihitung dengan rumus

Dalam penelitian ini diperoleh rendemen dengan variasi waktu sintering yang dapat dilihat pada tabel 4.1 yang menandakan semakin tinggi suhu sintering yang dipakai maka rendemen yang diperoleh semakin berkurang.

Hasil pengamatan menunjukkan bahwa rendemen yang paling banyak dihasilkan yaitu sintering pada suhu 600°C menghasilkan rendemen sebanyak 377,359%. Berdasarkan perhitungan teori hasil yang diperoleh sebanyak 73,60% menghasilkan warna abu-abu gelap berbentuk keramik kaca, karena terbentuknya keramik kaca menandakan bahwa tingkat homogenitas sampel sangat tinggi. Sampel berwarna abu-abu menandakan bahwa masih terdapat senyawa organik pada sampel. Pada suhu 400°C rendemennya juga tinggi yaitu 360,585%. Berdasarkan perhitungan teori diperoleh hasil rendemen sebanyak 70,37% tetapi berbentuk kristal garam yang masih banyak mengandung kadar air dan pada suhu sintering 900°C terjadi perubahan rendemen yang sangat banyak. Hasil yang diperoleh semakin berkurang yaitu 304,642%. Serta hasil rendemen yang diperoleh berdasarkan perhitungan teori yaitu 70,37% sampel berwarna bening dan berbentuk kristal kaca ini menandakan bahwa senyawa organik pada sampel sudah menguap.

4. Analisis Dengan Spektroskopi Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Pengukuran spektroskopi FTIR dilakukan untuk menentukan gugus fungsi dari sampel dan kemungkinan interaksi diantara komponen-komponennya. Serbuk hidroksiapatit dicampur dengan KBr dibuat pellet dan diukur menggunakan FTIR pada panjang gelombang 400-400 cm^{-1} .

Spektrum FTIR pada sampel dengan suhu sintering 400°C terdapat gugus OH yang terdeteksi pada kisaran bilangan gelombang 3464,15 cm^{-1} , gugus CO_3^{2-} terdeteksi pada bilangan gelombang 1639,49 cm^{-1} dan terdapat pula gugus PO_4^{3-} terdeteksi pada bilangan gelombang 1161,15; 1114,86 dan 1066,64 cm^{-1}

Hasil FTIR pada sampel dengan suhu sintering 600°C terdapat gugus OH pada bilangan gelombang 3419,79 berupa peak dengan intensitas kuat dan lebar, terdapat pula gugus CO_3^{2-} pada kisaran bilangan gelombang 1639,49 cm^{-1} dan gugus PO_4^{3-} pada kisaran bilangan gelombang 1122,57; 1068,56 cm^{-1} .

Adanya gugus CO_3^{2-} tidak dapat dikatakan buruk karena pada tulang manusia sendiri memiliki CO_3^{2-} yang merupakan substitusi PO_4^{3-} secara natural mengikuti persamaan $\text{Ca}_{10}(\text{CO}_3)_x(\text{PO}_4)_{6-(2/3)x}(\text{OH})_2$ atau yang biasa disebut dengan Carbonated-Hydroxyapatite. Namun karena pada proses sintesis ini adanya CO_3^{2-} tidak dikontrol maka dikategorikan sebagai pengotor (Purwasasmita, 2008: 164).

Hasil FTIR pada sampel dengan suhu sintering 900°C terdapat gugus OH pada panjang gelombang dengan kisaran 3381, 21 cm^{-1} dengan intensitas peak yang lebar

dan lemah, gugus CO_3^{2-} pada kisaran panjang gelombang $1639,49 \text{ cm}^{-1}$ dan terdapat gugus PO_4^{3-} dengan kisaran panjang gelombang $1161,15 \text{ cm}^{-1}$.

Berdasarkan penelitian tatang hidayat (2013) menyatakan bahwa semakin tinggi suhu sintering yang digunakan merupakan kondisi terbaik karena menghasilkan Hidroksiapatit dengan kristalinitas, parameter kisi dan kemurniang yang tinggi.

Hasil yang diperoleh pada penelitian ini yaitu banyaknya kandungan kalsium yang terdapat pada tulang ikan tuna (*Thunnus albacores*) yaitu sebanyak 76,83% ini menandakan bahwa nikmat Allah sangat luas kepada umatnya salah satunya yaitu banyaknya kadar kalsium yang terdapat pada tulang ikan tuna yang dapat dimanfaatkan untuk pembuatan senyawa hidroksiapatit atau dapat digunakan sebagai implan tulang yang sesuai dengan (Q.S Al-Baraqah [2]: 152)

فَاذْكُرُونِي أَذْكُرْكُمْ وَاشْكُرُوا لِي وَلَا تَكْفُرُونِ ﴿١٥٢﴾

Terjemahnya:

“Karena itu, ingatlah kamu kepada-Ku niscaya Aku ingat (pula) kepadamu dan bersyukurlah kepada-Ku, dan janganlah kamu mengingkari (nikmat)-Ku”

Maksud ayat tersebut ingat Allah kepada kalian jauh lebih banyak daripada ingat kalian kepadanya dan Allah memerintahkan bersyukur dan menjanjikan pahala bersyukur berupa tambahan kebaikan darinya. Nikmat Allah sangat melimpah dimuka bumi ini salah satu yaitu nikmatnya yaitu yang berasal dari lautan contohnya ikan dimana dalam tulang ikan tuna terdapat banyak kadar kalsium yang dapat dimanfaatkan untuk keperluan manusia itu sendiri dan Allah selalu memerintahkan

untuk selalu bersyukur kepada-Nya karena semakin banyak bersyukur maka nikmat Allah semakin melimpah.



BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

Kesimpulan pada penelitian ini yaitu sebagai berikut:

1. Rendemen yang diperoleh yaitu pada suhu 400°C sebanyak 360,585%, suhu 600°C sebanyak 377,359% dan suhu 900°C 304,42%
2. Karakterisasi senyawa hidroksiapatit ditentukan berdasarkan gugus fungsi pada yang terbentuk seperti gugus OH, CO₃²⁻ dan PO₄³⁻ pada peak-peak pada alat instrumen FTIR.
3. Karakteristik senyawa hidroksiapatit ditentukan berdasarkan puncak-puncak yang terbentuk seperti puncak tertinggi pada suhu 400°C pada sudut 2θ yaitu 25,69° dan pada suhu 600°C puncak tertingginya yaitu 25, 90° dan 24,40° pada suhu 900°C puncak tertingginya yaitu 23,89°

B. Saran

Saran yang dapat disampaikan pada penelitian selanjutnya yaitu perlu dilakukan variasi konsentrasi prekursor fosfat yang digunakan untuk membandingkan dengan penelitian sebelumnya serta dapat menghasilkan hidroksiapatit yang lebih murni yang ditandai dengan puncak yang lebih tinggi berdasarkan data XRD.

DAFTAR PUSTAKA

Al-Qur'an Al-Qarim, Kementrian Agama R.I 2015.

Alfian, Zul, Penentuan Kadar Unsur Kalsium (Ca^+) pada susu sapi murni dan susu sapi dipasaran dengan metode spektrofotometri Serapan Atom, "Jurnal Sains Kimia 8, no. 2004.

Ardiyanto, Hengky Bowo, Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Kalsit Puger Kabupaten Jember Sebagai Material *Bone Graft*, "Skripsi", Jember, 2013.

Bahri, Samsul, Sintesis Dan Karakterisasi Zeolit X Dari Abu Vulkanik Gunung Kelud Dengan Variasi Rasio Nolar Si/Al Menggunakan Metode Sol-Gel,"Skripsi" 2015.

Balgies, dkk, Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit Menggunakan Analisis *X-Ray Difrraction* "Jurnal", ISSN 1410-7686. 2011.

Dahlan, Kiagus, Potensi Kerang Rangan Sebagai Sumber Kalsium dalam Sintesis Biomaterial Subtitusi Tulang, "Jurnal", FMIPA Universitas Lampung 2013.

Darmayanto, Penggunaan Serbuk Tulang Sebagai Penurun Intensitas Warna Air Gambut, "Tesis", Universitas Sumatra Utara, 2009.

Faizah Ria, Biologi Reproduksi Ikan Tuna Mata Besar(*Thunnus obesus*) Di Perairan Samudra Hindia, "Skripsi", Institut Pertanian Bogor (IPB), 2010.

Hadiati dkk, Kajian Variasi Suhu *Annealing* Dan *Holding Holden Time* Pada Penumbuhan Lapisan tipis $\text{BaZr}_{0,15}\text{Ti}_{0,85}\text{O}_3$ Dengan Metode Sol-Gel,"Jurnal MIPA". 2013.

Hastuti, Waode dkk, Pembuatan Dan Pengujian Sifat Mekanik Ggigi Tiruan Berbahan Keramik Dan Hidroksiapatit Dari Cangkang Telur, "Jurnal" 2013.

Hidayat, Tatang, Sintesis Dan Pencirian Hidroksiapatit Dari Cangkang Kerang Hijau Dengan Metode Sol-Gel"Jurnal" Institut Pertanian Bogor. 2013

Horne M, dkk, "Keseimbangan Cairan Elektrolit dan Asam Basa", Jakarta: EGC, 2001.

Kehoe S, 2008, Optimation of Hydroxyapatite (HAP) For Orthopedic Aplication Via The Chemical Pretcipitation Technique,"Tesis" 2008.

- Marta'ati, Marisa, Pengaruh Penambahan Tepung Tulang Ikan Tuna (*Thunnus sp*) Dan Proposi Jenis *Shorteng* Terhadap Sifat Organoleptik *Rich Biscuit*, "Jurnal". Universitas Negeri Surabaya. 2015.
- Miazwir, Analisis Apek Biologi Reproduski Ikan Tuna Sirip Kunig (*Thunnus albacares*) Yang Tertangkap Di Samudera Hindia. "Tesis", Jurusan Ilmu kelautan fakultas Matematika dan Ilmu Kelautan, Depok, 2012.
- Muntamah, Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Cangkang Kerang Darah (*Anadara granosa, sp*), "Jurnal", Institut Pertanian Bogor. 2011.
- Murniyati, dkk, "Teknik Pengolahan Tulang Ikan", Jakarta: Erlangga, 2013.
- Nabil, Muhammad, Pemanfaatan Limbah Tulang Ikan Tuna (*Thunnus sp*) Sebagai Sumber Kalsium Dengan Metode Hidrolisis Protein," Skripsi" 2005.
- Nayak, A. K, Hydroxyapatite Synthesis Methodologies: An Overview, International J. of ChemTech Research, No.2 Vol. 2, 2010.
- Ningsih, Rini Purwo, dkk, Sintesis Hidroksiapatit Daro Cangkang Kerang Kepah (*Pelymesoda Erosa*) Dengan Variasi Waktu Pengadukan , "Jurnal". ISSN 2302-1077. 2014.
- Piliang, G.W, Nutrisi Mineral Edisi Ke 4. ISBN 979-493-047-4. Bogor: Institusi Pertanian Bogor. 2001.
- Pinangsih, Arum Candra, dkk. Sintesis Biokeramik Hidroksiapatit ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) Dari Limbah Tulang Sapi Menggunakan Metode Sol-Gel. "Jurnal" Jurusan Kimia. Vol. 2 No. 2 2014.
- Purwasmita, Bambang Sunendar, Sintesis Dan Karakterisasi Serbuk Hidroksiapatit Skala Sub-Mikron Menggunakan Metode Presipitasi, "Jurnal Bionatura" vol. 10 No. 2. 2008.
- Prabaningtyas, Mahardika Safanti, Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Kalsit (PT Dwi Selo Giri Mas Sidoarjo) Sebagai Bone Graft Sintetis Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) Dan Fourier Transform Infra Red (FTIR),"Skripsi" 2015.
- Rahmania p, Aida, Preparasi Hidroksiapatit Dari Tulang Sapi Dengam Metode Kombinasi Ultrasonik Dan *Spray Drying*,"Tesis" 2012.
- Riyanto, Bambang, Material Biokeramik Berbasis Hidroksiapatit Tulang Ikan Tuna, "Jurnal", Material Biokeramik Berbasis Hidroksiapatit, No.2 , Vol. 16. 2013.
- Risnawati, Pemanfaatan Limbah Cangkang Kepiting Rajungan (*Portunus Pelagicus*) Menjadi Kitin Sebagai Biokoagulan Air Sungai,"Skripsi" 2016.

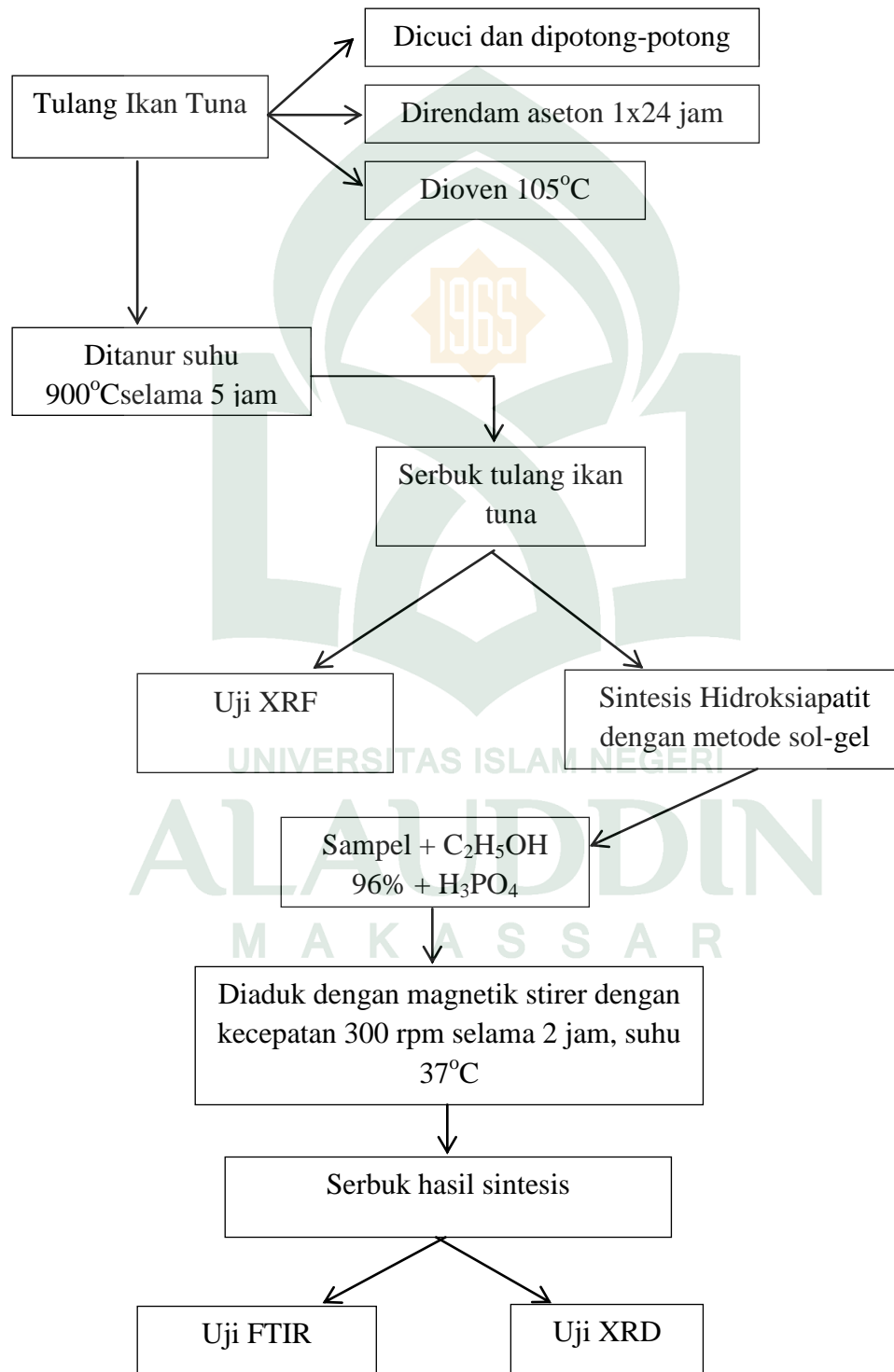
- Robert, M Silverstein, *Spektrometric Identification Of Organik Compound*, edisi ke 7 (USA: John Wiley dan Sons) 2005.
- Romawarni, Ayu, Sintesis Dan Uji In Vitro Hidroksiapatit Berporogen Kitosan Dengan Metode Sol-Gel, "Jurnal". 2011
- Saleha, dkk, Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Nanopartikel Kalsium Oksida (CaO) Cangkang Telur Untuk Aplikasi *Dental Implan*, "Jurnal". ISSN 0853-0823.
- Sedyono, Joko, Proses Sintesis Dan Karakterisasi FTIR Hidroksiapatit Dari Gypsum Alam Kulon Progo," Jurnal". ISSN 1411-4348. 2008.
- Shandra, Dekolagenasi Limbah Tulang Paha Ayam Kmapung (*Gallus gallus Domesticus*) Oleh Natrium Hidroksida (NaOH) Untuk Penentuan Kadar Kalsium (Ca) dan Fosfat (PO₄).
- Sopyan, Iis dkk, Pengembangan Serbuk Hidroksiapatit Untuk Aplikasi Medis Krakterisasi Awal dengan FTIR dan XRD,"Jurnal", ISSN 1411-2213. 2002.
- Sopyan, Iis, Preparation Of Hydroxyapatite Powder For Medical Applications Via Sol-Gel Technique, "Jurnal". Vol. 4, No. 2 ISSN 1411-1098. 2003.
- Suryadi, Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dengan Proses Pengendapan Kimia Basah, "Tesis". 2011.
- Syamsidar, "Dasar Reaksi Kimia Anorganik", Makassar: Alauddin University Press. 2013.
- Svehla, "Vogel: *Analisis Anorganik Kualitatif*", Jakarta: Media Pustaka. 1985.
- Tatang, Hidayat, Sintesis Dan Pencirian Hidroksiapatit Dari Cangkang Kerang Hijau Dengan Metode Sol-Gel," Skripsi" 2013.
- Trilaksani, dkk, Pemanfaatan Limbah Tulang Ikan Tuna (*Thunnus Sp.*) Sebagai Sumber Kalsium Dengan Metode Hidrolisis Protein, Buletin Teknologi Hasil Perikanan, Vol IX No. 2, 2006.
- Tjay, Tan Hoan, Obat-Obat Penting, 2007
- Widodo, Slamet, Teknologi Sol Gel Pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida Untuk Aplikasi Sensor Gas, "Seminar Rekayasa Kimia Dan Proses" 2010, ISSN : 1411- 4216
- Wirakusuma, Emma S, Mencegah Osteoporosis, 2007.

Wardani, Dini Puspita, Fortifikasi Tepung Tulang Ikan Sebagai Sumber Kalsium Terhadap Tingkat Kesukaan Donat, “ Jurnal Perikanan dan Kelautan” Vol.3, No. 4, Desember 2012: 41-50 ISSN : 2088-3137.



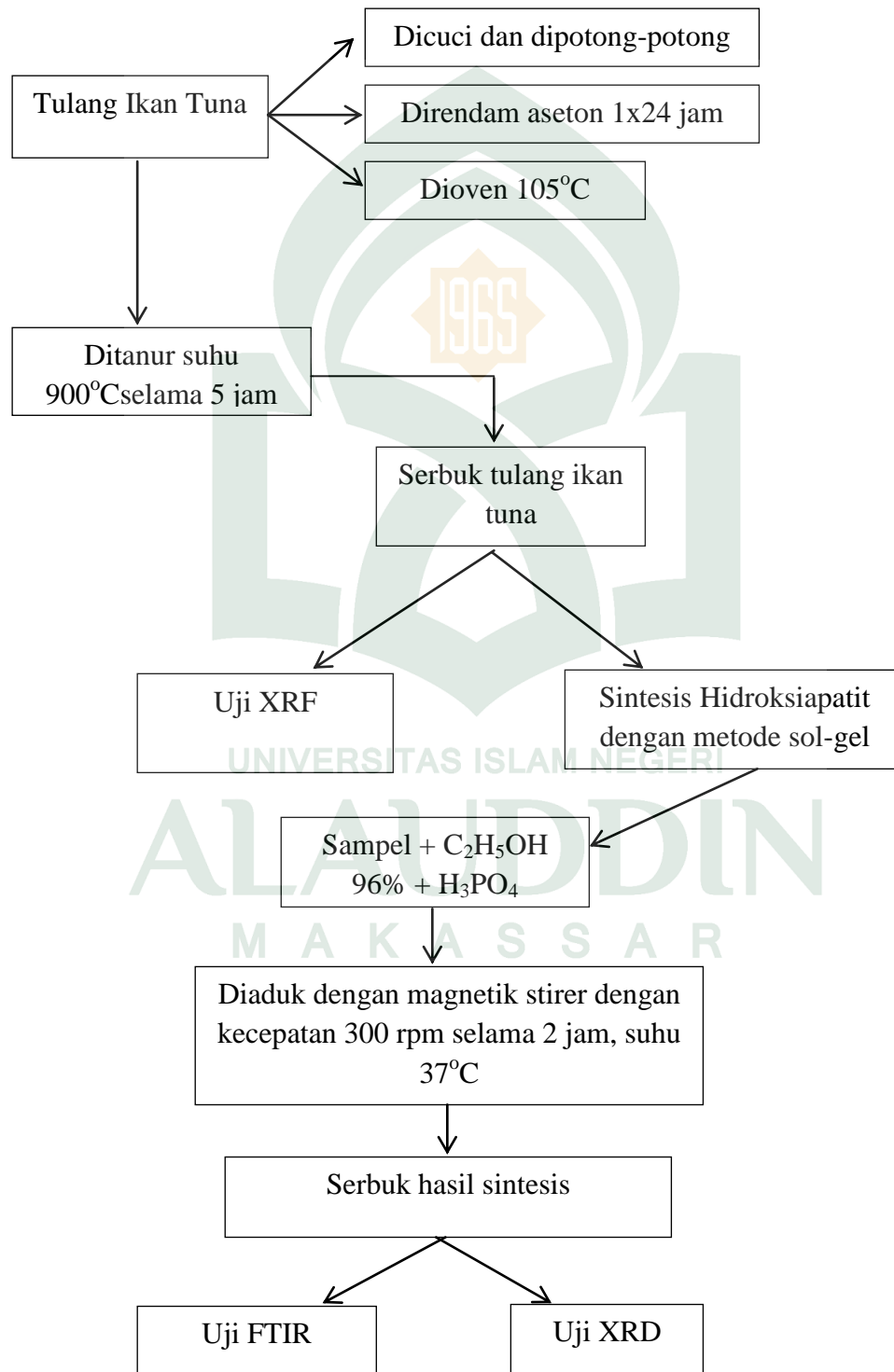
Lampiran 1

BAGAN KERJA



Lampiran 1

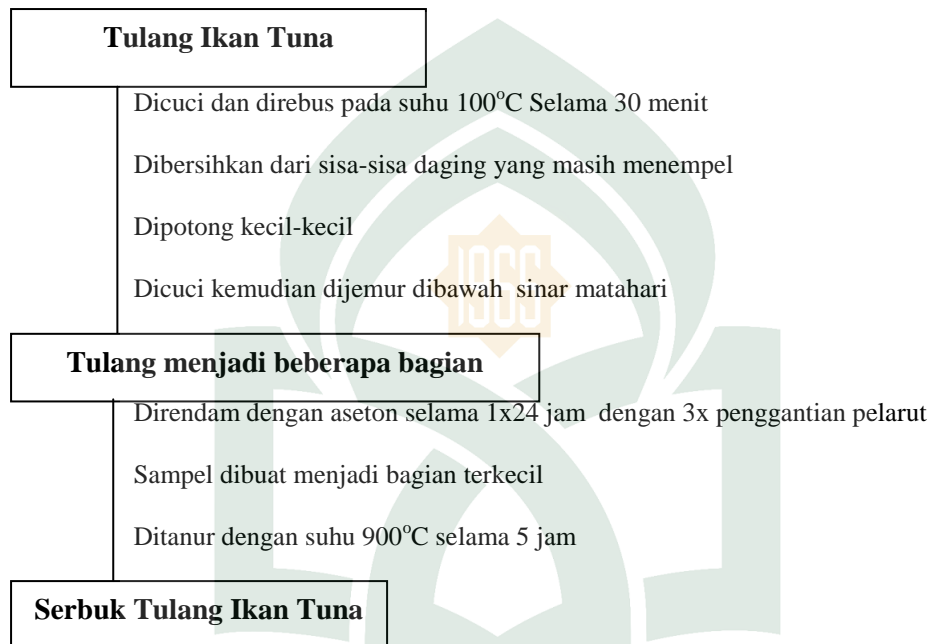
BAGAN KERJA



Lampiran 2

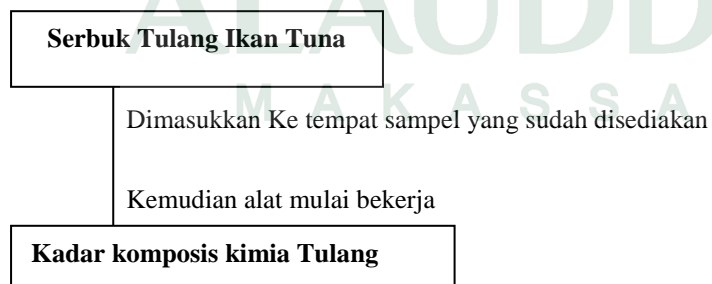
SKEMA KERJA

1. *Preparasi Sampel*

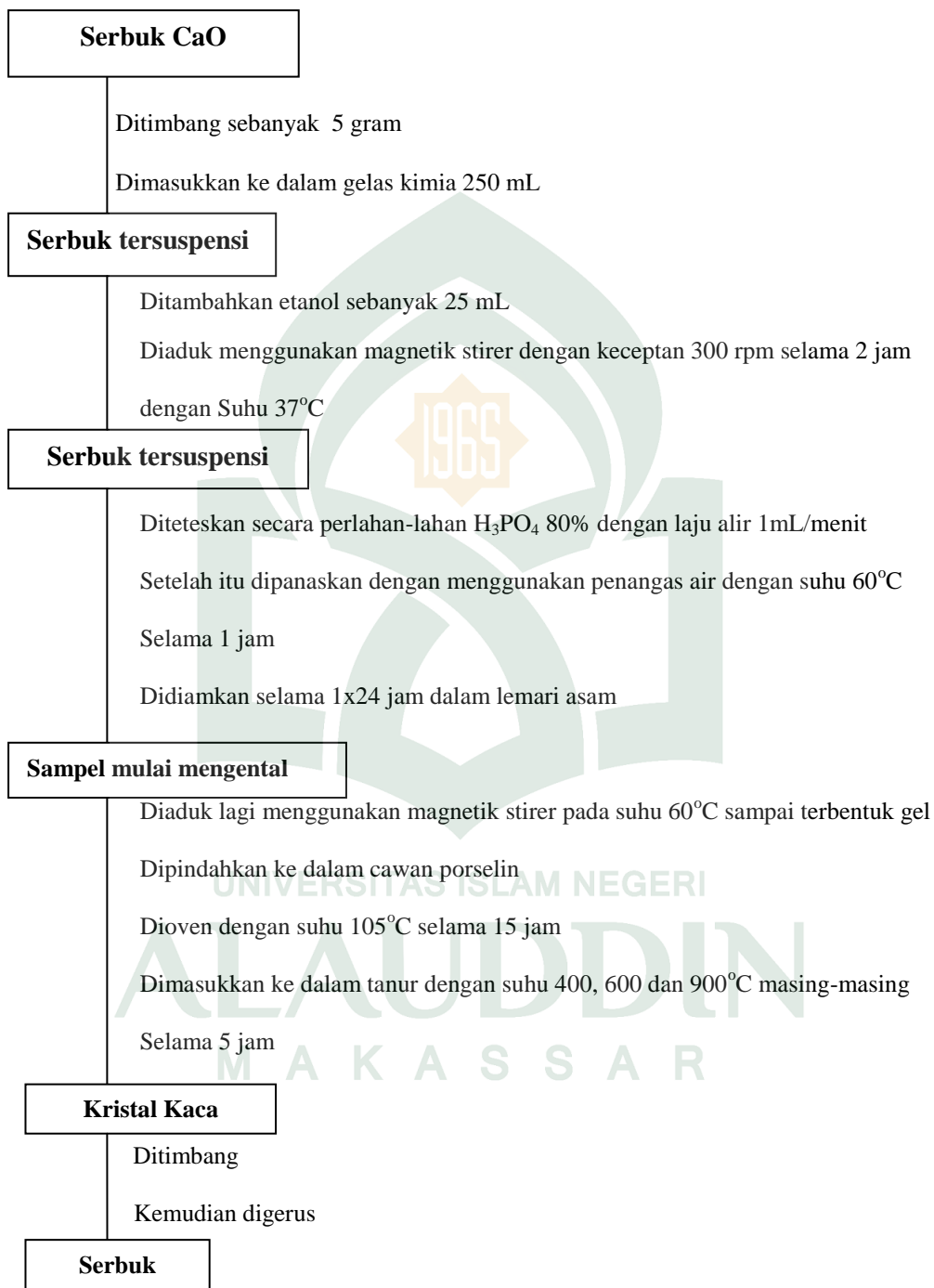


2. Analisis Komposisi Kimia Pada Serbuk Tulang Ikan Tuna (*Thunnus sp*)

a. *Instrumen XRF*



3. Sintesis Hidroksiapatit



4. Analisis FTIR

Serbuk Sampel

Dicampur dengan KBr dengan perbandingan 1: 10 (sampel:KBr)

Dibuat menjadi pellet dengan diberi tekanan menggunakan pompa kompresi *hydraulic* dengan kekuatan 100 ton (kg newton) serta pompa vakum selama 15 menit

Menimbang sukrosa, Na-CMC, metformin (kontrol positif) dan ekstrak yang akan digunakan

selanjutnya dibuka pellet secara hati-hati dan dipindahkan ke dalam sel holder

dimasukkan ke dalam alat FTIR

Kemudian peak-peak terbaca monitor

kemudian ditentukan dan dianalisa gugus fungsinya.

Berupa peak-peak pada monitor

5. Analisis X-Ray *Difraction*

Serbuk Sampel

Melakukan kalibrasi alat

Disiapkan sebanyak 2 mg ditempatkan di dalam *holder* yang berukuran (2x2) cm² pada difraktometer

Hasil Difraktogram

Lampiran 3

LAMPIRAN PERHITUNGAN

1. Perhitungan gram CaO yang diperoleh

Suhu (°C)	Bobot Akhir Sampel (gram)
400	18,0434
600	18,8729
900	15,2361

Massa Jenis (ρ) etanol 96% = 0,86 g/mL

Massa etanol 96% = $\rho \times v$
 = 0,86 g/mL x 1000 mL
 = 860 gram

Massa etanol 96% = 860 gram x $\frac{96 \text{ mL}}{100 \text{ mL}}$
 = $\frac{825,6 \text{ gram}}{40}$

= 20,64 gram

Total CaO = 5,0013 gram + 20,64 gram

= 25,64 gram

2. Pembuatan Larutan Asam Posfat (H_3PO_4) 80%

$$V_1 \times \%_1 = V_2 \times \%_2$$

$$V_1 \times 85\% = 100 \text{ mL} \times 80\%$$

$$V_1 = \frac{8000}{85}$$

$$V_1 = 94,1176 \text{ mL}$$

3. Perhitungan Rendemen

a. Suhu sintering 400°C

Bobot awal sampel	= 5,0013 gram
Bobot kosong cawan porselin	= 45,6393 gram (b)
Bobot cawan porselin + sampel setelah kalsinasi	= 63,6827 gram (a)
Bobot sampel setelah kalsinasi	= a-b
	= 63,6827 gram – 45,6393 gram
	= 18,0434 gram

$$\text{Rendamen} = \frac{\text{Bobot akhir sampel}}{\text{Bobot awal sampel}} \times 100\%$$

$$\text{Rendamen} = \frac{18,0434}{25,64} \times 100\%$$

$$\text{Rendamen} = 70,37\%$$

b. Suhu sintering 600°C

Bobot awal sampel	= 5,0013 gram
Bobot kosong cawan porselin	= 33,4800 gram (b)
Bobot cawan porselin + sampel setelah kalsinasi	= 52,4529 gram (a)
Bobot sampel setelah kalsinasi	= a-b
	= 52,3529 gram – 33,4800 gram
	= 18,8729 gram

$$\begin{aligned}\text{Rendamen} &= \frac{\text{Bobotakhirsampel}}{\text{Bobotawalsampel}} \times 100\% \\ \text{Rendamen} &= \frac{18,8729}{20,64} \times 100\% \\ \text{Rendamen} &= 73,60\%\end{aligned}$$

c. Suhu sintering 900°C

$$\begin{aligned}\text{Bobot awal sampel} &= 5,0013 \text{ gram} \\ \text{Bobot kosong cawan porselin} &= 45,7924 \text{ gram (b)} \\ \text{Bobot cawan porselin + sampel setelah kalsinasi} &= 61,0285 \text{ gram (a)} \\ \text{Bobot sampel setelah kalsinasi} &= a-b \\ &= 61,0285 \text{ gram} - 45,7924 \text{ gram} \\ &= 15,2361 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Rendamen} &= \frac{\text{Bobotakhirsampel}}{\text{Bobotawalsampel}} \times 100\% \\ \text{Rendamen} &= \frac{15,2361}{20,64} \times 100\% \\ \text{Rendamen} &= 59,42\end{aligned}$$

4. Perhitungan Ukuran Kristal

a. Suhu 600°C

$$\begin{aligned}\tau_1 &= \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \\ \tau_1 &= \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ \AA}}{0,1652 \cos 24,1640} \\ \tau_1 &= \frac{1,509788}{0,7157 \times 0,9123} \\ \tau_1 &= \frac{1,50978}{0,6529} \\ \tau_1 &= 2,3124 \times 10 \text{ nm} \\ \tau_1 &= 23,124 \text{ nm}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\beta^2 &= \text{FWHM}_{\text{instrumen}}^2 - \text{FWHM}_{\text{standar}}^2 \\ \beta^2 &= (0,7520)^2 - (0,2307)^2 \\ \beta^2 &= 0,5655 - 0,0532 \\ \beta^2 &= 0,5123 \\ \beta &= \sqrt{0,5123}\end{aligned}$$

$$\tau_2 = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$\tau_2 = \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ \AA}}{0,6617 \cos 25,7269}$$

$$\tau_2 = \frac{1,509788}{0,6617 \times 0,0059}$$

$$\tau_2 = \frac{1,59078}{0,5960}$$

$$\tau_2 = 2,5331 \times 10 \text{ nm}$$

$$\tau_2 = 25,331 \text{ nm}$$

$$\beta^2 = \text{FWHM}_{\text{instrumen}}^2 - \text{FWHM}_{\text{standar}}^2$$

$$\beta^2 = (0,6662)^2 - (0,0769)^2$$

$$\beta^2 = 0,4438 - 0,0059$$

$$\beta^2 = 0,4379$$

$$\beta = \sqrt{0,4379}$$

$$\tau_3 = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$\tau_3 = \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ \AA}}{0,6096 \cos 25,8623}$$

$$\tau_3 = \frac{1,509788}{0,6096 \times 0,8757}$$

$$\tau_3 = \frac{1,50978}{0,5338}$$

$$\tau_3 = 2,8283 \times 10 \text{ nm}$$

$$\tau_3 = 28,283 \text{ nm}$$

$$\beta^2 = \text{FWHM}_{\text{instrumen}}^2 - \text{FWHM}_{\text{standar}}^2$$

$$\beta^2 = (0,6104)^2 - (0,0285)^2$$

$$\beta^2 = 0,3725 - 0,0008$$

$$\beta^2 = 0,3717$$

$$\beta = \sqrt{0,3717}$$

Ukuran Kristalit Rata-rata:

$$= \frac{\tau_1 + \tau_2 + \tau_3}{3}$$

3

$$= \frac{23,124 + 25,331 + 28,283 \text{ nm}}{3}$$

$$= 25,579 \text{ nm}$$

Lampiran 4**DOKUMENTASI PENELITIAN****1. Preparasi Sampel**

Tulang Ikan Tuna sirip
Kuning



Perebusan



Dikeringkan



Perendaman Aseton



Di oven



Penguapan Aseton

Sebelum dikalsinasi dalam
furnace

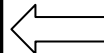
Setelah dikalsinasi



Analisis XRF



Di ayak



Di gerus

Sintesis Hidroksiapatit



Mengayak Sampel



Mengoven Sampel Sebelum Ditimbang



Menimbang Serbuk CaO



Menambahkan Etanol 96%



Mengaduk Sampel



Menambahkan H₃PO₄ 80%



Menimbang Sampel Hasil
Kalsinasi 400°C



Menimbang Sampel Hasil
Kalsinasi 600°C



Menimbang Sampel Hasil
Kalsinasi 600°C



Hasil Kalsinasi Suhu 400°C



Hasil Kalsinasi 600°C



Hasil Kalsinasi 900°C

RIWAYAT HIDUP



Muliati lahir di Makassar pada tanggal 30 Agustus 1993, anak ke 3 dari 5 bersaudara dari pasangan Muh. Yusuf dan Hasni. Penulis memulai jenjang pendidikannya pada tahun 2000 di SD Inpres Mariso 1 dan lulus pada tahun 2006 kemudian penulis melanjutkan pendidikannya di SMP Perguruan Islam Makassar dan berhasil lulus pada tahun 2009. Pada tahun yang sama penulis melanjutkan pendidikannya di SMA Neg 14 Makassar dan berhasil lulus pada tahun 2012. Pada tahun 2012 penulis kembali melanjutkan pendidikannya ke jenjang S1. Tepatnya di jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Alauddin Makassar. Selama 4 tahun.